



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

Estudo da Microinfiltração Marginal de Sistemas Adesivos Universais Experimentais,
com e sem Bis-GMA, na vertente *Etch-and-Rinse*

Trabalho submetido por
Catarina Sofia Gregório Henriques
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Novembro de 2021



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

Estudo da Microinfiltração Marginal de Sistemas Adesivos Universais Experimentais,
com e sem Bis-GMA, na vertente *Etch-and-Rinse*

Trabalho submetido por
Catarina Sofia Gregório Henriques
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor Mário Polido

Novembro de 2021

“Ele não tem medo de chorar mágoas antigas, ou alegrar-se com novas descobertas.
Quando sente que chegou a hora, larga tudo e parte para sua aventura tão sonhada.
Quando entende que está no seu limite de sua resistência, sai do combate, sem culpar-se
por ter feito uma ou duas loucuras inesperadas.”

Manual do Guerreiro da Luz – Paulo Coelho

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer ao meu orientador, Prof. Doutor Mário Polido, não só pela orientação e rigor como pela calma e tranquilidade que me proporcionou ao longo de toda esta fase.

À Prof. Doutora Joana Vasconcelos e Cruz pela crucial ajuda necessária no início deste projeto e suporte relativamente aos materiais em estudo desta investigação.

Agradecer à Prof. Doutora Cristina Manso pela disponibilização dos materiais necessários para que este projeto se tenha realizado.

Ao Professor Doutor José Brito pela paciência e auxílio na análise estatística.

À Prof. Doutora Alexandra Maia e Silva por me ter integrado no Clube de Leitura da Egas Moniz proporcionando um escape às minhas leituras científicas através de outras leituras e constante transmissão de conhecimento.

Ao meu parceiro de box João Belo, por ter sido o meu apoio diário nos dois últimos anos de fim de curso e ser o meu binómio da box 46.

Ao André Matão por ter sido o meu companheiro de trabalho, à Marta Pereira e ao Francisco Guerreiro pelo vosso suporte ao longo desta jornada de fim de curso.

Aos meus amigos, Débora Martins, a melhor amiga que a faculdade me deu para a vida; à Sofia Leone, a amiga de sempre e a minha chamada incondicional; ao Francisco Cunha e ao Mark Lourenço, os meus melhores amigos opostos pela calma e pela exaltação, e por me darem sempre o vosso ombro de apoio.

Ao José Correia, e à esponja de cirurgia que nos juntou, me transmitir a motivação que por vezes me faltava e o espaço que tanto precisei.

Aos meus *coaches* de Crossfit, João Costa e Tamára Adrego, por trazerem de volta a minha grande paixão pelo desporto e que sem saberem foram o meu apoio quase diário que tanto precisei.

E por último aos meus pais, Carlos Henriques e Dália Gregório, por me proporcionarem uma educação eclética e deixarem-me ser mais do que uma só coisa. Por me apoiarem em todos os caminhos que escolhi, sendo nenhum deles um erro.

RESUMO EM PORTUGUÊS

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

Materiais e Métodos: 36 molares humanos hígidos foram seccionados em 2 metades resultando em 72 espécimes aleatoriamente distribuídos por 12 grupos (n=6) - Grupo 1: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) sem termociclagem; Grupo 2: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) com termociclagem; Grupo 3: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) sem termociclagem; Grupo 4: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) com termociclagem; Grupo 5: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) sem termociclagem; Grupo 6: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) com termociclagem; Grupo 7: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) sem termociclagem; Grupo 8: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) com termociclagem; Grupo 9: Scotchbond™ Universal (SBU) sem termociclagem; Grupo 10: Scotchbond™ Universal (SBU) com termociclagem; Grupo 11: Futurabond® M+ (FUT) sem termociclagem; Grupo 12: Futurabond® M+ (FUT) com termociclagem.

Em cada espécime foi executada uma cavidade, de classe II de Black. A aplicação do sistema adesivo de cada grupo foi feita segundo as normas do fabricante, na técnica *etch-and-rinse*. De seguida as cavidades foram restauradas com resina composta Maxima® Natural Elegance.

Os espécimes foram armazenados em estufa a 37°C em água destilada durante 24 horas. Posteriormente foram sujeitos a um período de envelhecimento no termociclador por um período de 10.000 ciclos, com banhos alternados de 55°C e 5°C. Em seguida foram selados com um verniz incolor até 1mm circundante da restauração e colocados num banho de fucsina a 0,5% durante 24 horas em estufa a 37°C. Os espécimes foram em seguida seccionados no sentido perpendicular ao longo eixo do dente no micrótomo de tecidos duros e observados numa lupa esterioscópica e quantificados segundo a penetração do corante.

Resultados: Verificou-se que não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal entre os sistemas adesivos universais experimentais estudados e os sistemas adesivos universais comerciais na vertente *etch-and-rinse*.

Conclusões: Não houve diferenças significativas entre os sistemas adesivos universais experimentais, com e sem Bis-GMA, e os sistemas adesivos universais comerciais.

Palavras Chave: microinfiltração, sistema adesivo universal, *etch-and-rinse*, Bis-GMA *free*

ABSTRACT

Purpose: To study the marginal microleakage of two experimental universal adhesive systems, with and without Bis-GMA, and of two commercial universal adhesive systems with Bis-GMA, in the etch-and-rinse aspect.

Materials and Methods: 36 healthy human molars were sectioned into 2 halves resulting in 72 specimens randomly distributed into 12 groups (n=6) - Group 1: Experimental Adhesive System with Bis-GMA (AE1) without thermocycling; Group 2: Experimental Adhesive System with Bis-GMA (AE1) with thermocycling; Group 3: Experimental Bis-GMA Adhesive System with augmented 10-MDP (AE1 + 10-MDP) without thermocycling; Group 4: Experimental Bis-GMA Adhesive System with augmented 10-MDP (AE1 + 10-MDP) with thermocycling; Group 5: Experimental Adhesive System without Bis-GMA (AE2) without thermocycling; Group 6: Experimental Adhesive System without Bis-GMA (AE2) with thermocycling; Group 7: Experimental Adhesive System without Bis-GMA with increased 10-MDP (AE2 + 10-MDP) without thermocycling; Group 8: Experimental Adhesive System without Bis-GMA with increased 10-MDP (AE2 + 10-MDP) with thermocycling; Group 9: ScotchbondTM Universal (SBU) without thermocycling; Group 10: ScotchbondTM Universal (SBU) with thermocycling; Group 11: Futurabond[®] M+ (FUT) without thermocycling; Group 12: Futurabond[®] M+ (FUT) with thermocycling.

In each specimen, a Black Class II cavity was made. The application of the adhesive system for each group was done according to the manufacturer's rules, using the etch-and-rinse technique. The cavities were then restored with Maxima[®] Natural Elegance composite resin.

The specimens were stored in an oven at 37°C in distilled water for 24 hours. Subsequently, they were subjected to an aging period in the thermocycler for a period of 10,000 cycles, with alternating baths of 55°C and 5°C. Then, they were sealed with a colorless varnish up to 1mm around the restoration and placed in a bath of 0.5% fuchsin for 24 hours in an oven at 37°C. The specimens were then sectioned perpendicular to the long axis of the tooth in the hard tissue microtome and observed with a stereoscopic magnifying glass and quantified according to dye penetration.

Results: It was found that there are no differences in marginal microleakage between experimental universal adhesive systems and commercial universal adhesive systems in the etch-and-rinse aspect.

Conclusion: There were no significant differences between studied experimental universal adhesive systems, with and without Bis-GMA, and commercial universal adhesive systems.

Keywords: microleakage, universal adhesive system, etch-and-rinse, Bis-GMA free

ÍNDICE GERAL

I. INTRODUÇÃO	13
1.1. Composição e Estrutura dos Substratos Dentários.....	13
1.1.1. Esmalte.....	13
1.1.2. Dentina	14
1.2. Sistemas Adesivos.....	15
1.2.1. Classificação dos Sistemas Adesivos.....	18
1.2.1.1. <i>Etch-and-Rinse</i>	18
1.2.1.2. <i>Self-etch</i>	20
1.2.1.3. Universais.....	21
1.2.2. Constituintes dos Sistemas Adesivos	22
1.2.2.1. Bis-GMA.....	22
1.2.2.2. Bis-GMA <i>free materials</i>	23
1.2.2.3. 10-MDP.....	24
1.3. Mecanismos e Princípios de Adesão	24
1.3.1. Adesão ao Esmalte	25
1.3.2. Adesão à Dentina	26
1.4. Microinfiltração.....	28
1.4.1. Penetração de corantes	28
1.5. Envelhecimento de amostras.....	29
1.5.1. Termociclagem.....	29
II. OBJETIVO DO ESTUDO	31
2.1. Hipóteses Experimentais.....	31
III. MATERIAIS E MÉTODOS	33
3.1. Âmbito do estudo	33

3.2 Seleção da Amostra.....	33
3.3 Material Utilizado	35
3.4. Preparação da Amostra.....	37
3.5. Observação e Quantificação da Amostra	44
IV. RESULTADOS.....	45
4.1. Análise Estatística dos Resultados	48
V. DISCUSSÃO.....	51
VI. CONCLUSÕES	55
VII. BIBLIOGRAFIA	57

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Síntese de Bisfenol A em Bis-GMA. Adaptado de Šimková 2020. ⁴⁴	23
Figura 2 - Estrutura octagonal do G-IEMA. Adaptado de Yu 2015 ⁴³	24
Figura 3 - Amostra utilizada, dentes molares.....	33
Figura 4 - Máquina utilizada para cavidades.	38
Figura 5 - Posicionamento da amostra em relação à máquina	38
Figura 6 - Posicionamento da amostra no bloco de acrílico em relação à máquina	38
Figura 7 - Amostra com duas cavidades	39
Figura 8 - Ilustração de passos específicos de preparação das amostras. A - Aplicação de ácido ortofosfórico; B - Aplicação do adesivo; C – Secagem leve do adesivo; D – Fotopolimerização; E – Aplicação de resina composta.	41
Figura 9 - Estufa Memmert INE 400 (Mettler, Alemanha)	42
Figura 10 - Termociclador THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Alemanha).....	42
Figura 11 - Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca)	43
Figura 12 - Processo de secção da amostra.....	43
Figura 13 - Amostra seccionada.....	44
Figura 14 - Quantificação da penetração do corante. A - Penetração de grau 0; B - Penetração de grau 1; C - Penetração de grau 2; D - Penetração de grau 3.	44
Figura 15 - Grau de Infiltração do grupo 1 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE1.....	45
Figura 16 - Grau de Infiltração do grupo 2 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE1+MDP.....	46
Figura 17 - Grau de Infiltração do grupo 3 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE2.....	46
Figura 18 - Grau de infiltração do grupo 4 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE2+MDP.....	46
Figura 19 - Grau de Infiltração do grupo 5 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo Scotchbond™ Universal.....	47
Figura 20 - Grau de Infiltração do grupo 6 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo Futurabond® M+.....	47
Figura 21 - Grau de infiltração relativamente aos adesivos sem Termociclagem.	48
Figura 22 - Grau de infiltração relativamente aos adesivos com Termociclagem.	48

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Evolução dos sistemas adesivos. Adaptado de Sofan 2017. ²⁴	17
Tabela 2 - Classificação dos sistemas adesivos por geração. Adaptado de Sofan 2017. ²⁴	17
Tabela 3 - Sistemas Adesivos Contemporâneos. Adaptado de Bedran-Russo 2017. ⁵ ..	18
Tabela 4 - Composição da dentina desmineralizada antes e depois de procedimentos adesivos. Adaptado de Pashley 2011. ²⁷	19
Tabela 5 - Listagem de Material	35
Tabela 6 - Protocolo de Preparação Grupo 1 segundo as instruções do fabricante.....	39
Tabela 7 - Protocolo de Preparação Grupo 2 segundo as instruções do fabricante.....	39
Tabela 8 - Protocolo de Preparação Grupo 3 segundo as instruções do fabricante.....	40
Tabela 9 - Protocolo de Preparação Grupo 4 segundo as instruções do fabricante.....	40
Tabela 10 - Protocolo de Preparação Grupo 5 segundo as instruções do fabricante.....	40
Tabela 11 - Protocolo de Preparação Grupo 6 segundo as instruções do fabricante.....	41
Tabela 12 - Protocolo de Aplicação de Resina Composta segundo as instruções do fabricante.....	41
Tabela 13 – Comparação da penetração independentemente do tipo de tratamento.....	49
Tabela 14 - Teste de Kruskal-Wallis.....	49
Tabela 15 - Comparação entre o tipo de tratamento.	50
Tabela 16 - Teste de Mann-Whitney.....	50

LISTA DE ABREVIATURAS

BPA – Bisfenol A

Bis-DMA - Bisfenol A-dimetacrilato

Bis-EMA - Bisfenol A glicidil dimetacrilato etoxilado

Bis-GMA – Bisfenol A-glicidil metacrilato

CQ – Canforoquinona

FUT – Futurabond[®] M+

G-IEMA – Dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato

HEMA – Hidroxietil metacrilato

kg - Kilograma

µg - Micrograma

µm – Micrómetro

mm - Milímetro

pH – Potencial de Hidrogénio

SBU – Scotchbond[™] Universal

TEGDMA – Dimetacrilato de trietilenoglicol

UDMA – Uretano-dimetacrilato

10-MDP - 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

I. INTRODUÇÃO

1.1. Composição e Estrutura dos Substratos Dentários

1.1.1. Esmalte

O esmalte dentário maduro é uma estrutura cristalina altamente mineralizada. A sua espessura é variável sendo maior nas cúspides dentárias e bordos incisais, com um valor de aproximadamente 2,5mm (2mm nos bordos incisais dos incisivos; 2,3 a 2,5mm nas cúspides dos pré-molares; 2,5 a 3mm nas cúspides dos molares), e menor nas margens cervicais até à junção amelo-cimentária.^{1,2}

É o tecido mais mineralizado do corpo humano, ocupando o valor 5 de dureza na escala de Mohs^{3,4}, sendo composto por 96% de materiais inorgânicos (88 a 90% de volume) nomeadamente cristais de hidroxiapatite organizados, compostos principalmente por cálcio e fósforo na forma de hidroxiapatite, que o fazem ser um tecido rígido, inerte e acelular que recobre a coroa dentária anatómica. É também composto por 3% de água (5 a 10% de volume) e 1% restante de proteínas da matriz orgânica, responsáveis pelo efeito de plasticidade.^{4,5} A sua porosidade, de cerca 5% correspondente ao seu volume, faz com que seja o tecido menos poroso de todos os tecidos dentários duros (entre os quais a dentina e o cimento).² Estas propriedades físicas e mecânicas, dureza e densidade, são variáveis ao longo da camada superficial para a mais profunda, sendo ambas de maior para menor grau, conferindo-lhe um baixo módulo de elasticidade e uma baixa resistência à tração. Assim, apesar da sua elevada dureza, o esmalte é considerado mais frágil quando a resiliência da dentina, que lhe é subjacente, fica comprometida.^{1,4}

Estruturalmente, a organização compacta variada e alongada dos cristais de hidroxiapatite compõem os inúmeros prismas de esmalte com 4 a 7 µm de diâmetro⁶ (cerca de 5 milhões num incisivo mandibular e cerca do dobro, 12 milhões, num molar superior), formados pelos ameloblastos advindos da camada embriogénica, ectoderme. Estes estão posicionados de forma perpendicular em relação à junção amelo-dentinária e a nível cervical apresentam uma disposição horizontal. Microscopicamente apresentam uma aparência mais circular no primeiro terço do esmalte, o que permite uma maior absorção e dissipação das forças juntamente com a junção amelo-dentinária, com cerca

de 2 μm de largura, evitando assim que as fraturas de esmalte se propaguem para a dentina. Numa posição mais próxima da junção amelo-dentinária, os primas de esmalte apresentam uma posição mais vertical nos dois terços mais superficiais do esmalte, ficando conseqüentemente mais exposto a fraturas.^{1,7}

1.1.2. Dentina

A dentina é um tecido vivo biológico complexamente dinâmico que se modifica com o tempo devido a processos fisiológicos, patológicos e longevidade de vida. Este é um tecido com baixo conteúdo mineral, com a elasticidade e dureza necessárias de modo a proteger o esmalte e a polpa, formando a maior parte da estrutura do dente. A sua formação de 4 $\mu\text{m}/\text{dia}$ inicia-se desde a coroa até à raiz, previamente à formação do esmalte e contrariamente a esta, não termina após a erupção do dente.¹ Esta fase denomina-se dentinogénese e ocorre devido aos odontoblastos, que têm os seus corpos alojados na cavidade pulpar e os seus prolongamentos odontoblásticos no interior dos túbulos dentinários. A camada de dentina mais recente não mineralizada, pré-dentina, encontra-se junto à superfície pulpar. É esta camada que suporta o esmalte na coroa e subjacente ao cimento na raiz, estando intimamente relacionada com a polpa de forma histológica, embriológica e funcional, formando o complexo pulpo-dentinário. Quanto às suas propriedades físicas e mecânicas, a dentina tem uma estrutura com elevado módulo de elasticidade, alta resistência à compressão e tração.^{1,8}

A dentina é constituída por cerca de 47% de cristais de hidroxiapatite, 30 a 50% de material orgânico, maioritariamente colagénio tipo I, e 20% de água, em volume.⁹ Estes valores da sua composição são variáveis uma vez que dependem das condições em que esta se encontra, caso seja desmineralizada os seus valores de concentração de água aumentam de 20% para 50 a 70% de volume (Tabela 4).¹⁰ Estruturalmente, a dentina dispõe-se de forma radial, em que os túbulos, com forma de cone invertido de maior diâmetro junto à polpa até à junção amelo-dentinária, estão rodeados por dentina intertubular e internamente por dentina peritubular. Próximo da polpa, os túbulos estão em número de 45,000 a 65,000/ mm^2 e ocupam 22% de área, com diâmetro de 3 a 4 μm . Na dentina externa, já em menor número de cerca de um terço, 15,000 a 20,000/ mm^2 , estes túbulos ocupam apenas 1%, com um menor diâmetro de 1,7 μm .^{8,10}

De acordo com aspetos que variam desde a estrutura de arranjos de interligações químicas até aos processos patológicos e de longevidade, a dentina é classificada da seguinte forma: Dentina primária – constitui a maioria do volume de dentina. É formada durante o processo embriológico durante o desenvolvimento do dente, caracterizada por um padrão regular de túbulos dentinários; Dentina secundária – forma-se após o primeiro momento em que o dente entra em oclusão até ao completo encerramento do foramen apical. Tem uma estrutura tubular semelhante à dentina primária, sendo mais irregular; Dentina terciária – também denominada reacional ou reparadora aquando estímulos patológicos, como cárie dentária, é produzida e depositada em áreas da câmara pulpar como resposta protetora a estímulos agressivos. Pode ainda ser classificada como dentina esclerótica, que se descreve como a alteração da mineralização de estruturas devido à constante deposição de dentina peritubular nos túbulos dentinários.^{11,12}

1.2. Sistemas Adesivos

Desde a passada década, a dentisteria preventiva e restauradora tem sofrido um processo de evolução de forma a aproximar-se de uma prática minimamente invasiva, sendo mais conservadora, recorrendo ao sucesso da adesão entre os substratos (Tabela 1).¹³

Iniciou-se em 1955 com Buonocore, com a descrição do processo de condicionamento do esmalte alterando a sua superfície, na época com ácido fosfórico a uma concentração de 85% - *acid-etch technique*. Este processo de aumento de adesão, maioritariamente de retenção micromecânica, é devido à criação de microporosidades no esmalte e posterior impregnação na superfície de esmalte condicionada de materiais à base de resina formando *resin tags*.¹⁴⁻¹⁶

Nos inícios dos anos 1970, Eick demonstrou a composição de *smear layer* que impedia a adesão à dentina.^{17,18} No final da década de 70, início dos anos 80, a tecnologia adesiva focou-se num componente da composição dos adesivos – os monómeros funcionais - que interagem com a parte orgânica, colagénio, e inorgânica, hidroxiapatite. Assim, a segunda geração dos adesivos foi classificada segundo a sua ligação ao cálcio e ao colagénio. Estes adesivos aderiam diretamente à *smear layer* – camada de matéria formada pela instrumentação e preparação do substrato com brocas – o que revelou ser

uma adesão fracamente diminuta comparativamente à adesão na estrutura subjacente, a dentina.¹⁹

Uma década mais tarde, em 1980, surgiu o conceito de técnica de *total-etching* por Fusayama que descreve o condicionamento das duas camadas superficiais do dente, esmalte e dentina, com ácido ortofosfórico, em que a *smear layer* – é removida, e em que se promove a desmineralização da dentina e 3 a 5 µm, ficando a rede de colagénio exposta e havendo conseqüente exposição dos túbulos dentinários.^{20,21}

Dois anos mais tarde, em 1982, Nakabayashi demonstrou o conceito de formação da camada híbrida, que é uma camada homogénea composta pela desmineralização parcial ou total da superfície da dentina devido ao condicionamento ácido, seguida da infiltração de monómeros de resina e na sua polimerização nas fibras de colagénio. Esta camada é composta pelas fibras de colagénio, monómeros de resina e *smear layer* residual e foi através deste conceito que se abandonou o conceito de interação química com a estrutura dentária. Este conceito de camada híbrida tem por base a impregnação de resina que será polimerizada formando uma zona de interdifusão responsável por aumentar significativamente uma adesão micromecânica.^{19,22}

No início de 1990, foram introduzidos os adesivos *total-etch* de três passos e criado o conceito de *total-etch technique* já previamente descrito pelo grupo de investigação de Fusayama na década anterior. Estes adesivos incluíam separadamente um ácido e um *primer* antes da aplicação da resina adesiva. Estes adesivos de quarta geração são hoje denominados de adesivos *etch-and-rinse* de três passos (Tabela 2).^{23,24}

No final de 1990, foram introduzidos os adesivos *total-etch* de dois passos que visavam simplificar a técnica e o tempo de procedimento combinando num frasco o *primer* e o adesivo, no entanto, esta diminuição do número de etapas do adesivo não demonstrou um aumento da eficácia adesiva. Estes adesivos de quinta geração são atualmente denominados de adesivos *etch-and-rinse* de dois passos (Tabela 2).^{19,24}

Tabela 1 - Evolução dos sistemas adesivos. Adaptado de Sofan 2017.²⁴

1955	Técnica Adesiva
1956	1ª Geração de adesivos
Meio anos 60	Adesão à dentina com selantes e resina composta utilizando adesivo
Fim anos 60	Adesão à dentina
1970	Conceito de <i>Total-etch</i> e <i>Smear Layer</i>
Fim anos 70	2ª Geração de adesivos
Início anos 80	Aceitação dos adesivos na técnica <i>etch-and-rinse</i>
1980	3ª Geração de adesivos
1990	Conceito de Camada Híbrida; adesivos <i>multi-step</i> e <i>single-step</i> ; <i>wet-bonding</i>
Início anos 90	4ª Geração de adesivos
Meio anos 90	5ª Geração de adesivos
Fim anos 90	Modificação do conceito de <i>smear layer</i> com os adesivos <i>self-etch</i>
Fim dos anos 90/Início dos anos 2000	6ª Geração de adesivos
Fim 2002/Início 2005	7ª Geração de adesivos
2010	8ª Geração de adesivos
2011	Adesivos Universais

Tabela 2 - Classificação dos sistemas adesivos por geração. Adaptado de Sofan 2017.²⁴

Geração	Número de passos	Pré-tratamento de Superfície	Componentes
1ª	2	Ácido no esmalte	2
2ª	2	Ácido no esmalte	2
3ª	3	Condicionamento da dentina	2-3
4ª	3	Adesivo <i>etch-and-rinse</i>	3
5ª	2	Adesivo <i>etch-and-rinse</i>	2
6ª	1	Adesivo <i>self-etch</i>	2
7ª	1	Adesivo <i>self-etch</i>	1

1.2.1. Classificação dos Sistemas Adesivos

Devido à grande diversidade de sistemas adesivos surgiu a necessidade de os classificar de acordo com vários parâmetros. Podem classificar-se de acordo com: a geração pertencente, sendo que está em constante atualização devido à evolução da investigação, de momento os adesivos poderão ir da primeira à sétima geração (Tabela 2); o número de etapas clínicas sendo que a que tem mais número de etapas não é diretamente proporcional à sua eficácia adesiva e sucesso. Clinicamente, os adesivos poderão ter um ou dois passos na técnica de *self-etch* e dois ou três passos na técnica de *etch-and-rinse*; a dissolução total ou a impregnação da *smear layer*, em casos de *etch-and-rinse* e *self-etch*, respetivamente (Tabela 3).^{13,23,25}

Tabela 3 - Sistemas Adesivos Contemporâneos. Adaptado de Bedran-Russo 2017.⁵

Sistema Adesivo	Número de passos	Componentes dos Sistemas Adesivos		
		Ácido	Primer	Adesivo
<i>Etch-and-rinse</i>	3	■	■	■
	2	■	■	
<i>Self-etch</i>	2	■		■
	1	■		
Universal	1 ou 2	■	■	

1.2.1.1. *Etch-and-Rinse*

Os adesivos *etch-and-rinse* foram os primeiros adesivos multi-passo a serem formulados no início dos anos 1990, pertencentes à quarta e quinta gerações. Tal como o próprio nome indica, são caracterizados por terem como primeiro passo o ácido (*etch*), mais utilizado em concentrações entre 30 a 40%, com pH entre 0,1 e 0,4, sendo que quanto mais baixo este for, maior será a sua capacidade antibacteriana. Como passo inicial tanto no adesivo de três passos como no de dois passos está o *etching*, e uma segunda etapa, o *rinsing*, que corresponde à lavagem com água abundante eliminando completamente a *smear layer*.^{10,24}

Em 1978, utilizava-se o conceito de *total-etching*, em que se secava totalmente o substrato de forma a que este ficasse esbranquiçado, semelhante a giz, de forma a garantir que o substrato estaria completamente seco e sem vestígios de água. Na altura, não se considerou não só que o esmalte e a dentina diferiam na sua composição, como caso a dentina fosse excessivamente seca, perdia os espaços interfibrilares entre as fibras de colagénio resultando no seu colapso.²⁸

Assim, o segundo passo dos adesivos *etch-and-rinse*, o *primer*, é constituído por um solvente, álcool ou acetona, que movem as moléculas de água de forma a permitirem uma profunda infiltração dos monómeros de resina; e ainda por monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos que garantem uma humidade relativa da rede de colagénio e uma adesão dos monómeros de resina (Tabela 4).^{27,29,30,31}

A aplicação do *primer* é seguida da aplicação do *bond*, responsável pela adesão micromecânica, que é uma resina de baixa viscosidade constituída maioritariamente por monómeros hidrofóbicos.³²

Tabela 4 - Composição da dentina desmineralizada antes e depois de procedimentos adesivos. Adaptado de Pashley 2011.²⁷

	Dentina Mineralizada	Dentina condicionada com ácido	Dentina infiltrada com <i>primer</i>	Degradação da dentina
Mineral	50	0	0	0
Colagénio	30	30	30	0-30 ^b
Água	20	70	0 ^a	0-30 ^b
Resina	0	0	70 ^a	20-50 ^c

^a Camada Híbrida Intacta

^b Água substitui as fibras de colagénio destruídas

^c Perda das fibras de colagénio leva à perda da resina entre fibras

O sistema adesivo de três passos tem estas três etapas independentes, o ácido, o *primer* e o *bond*. Numa tentativa de simplificar este procedimento o sistema adesivo de dois passos tem o ácido independente e o *primer* e o *bond* num único frasco. Apesar de garantir uma adesão eficaz, este sistema tem as suas limitações, entre as quais a desidratação excessiva da dentina e suas implicações.^{9,32}

1.2.1.2. *Self-etch*

Contrariamente aos adesivos *etch-and-rinse*, os adesivos *self-etch* não requerem o ácido como passo independente, uma vez que contêm monómeros acídicos que têm a função de ácido e *primer* simultaneamente. Devido a estas características acídicas, estes conseguem dissolver a *smear layer*, que não sendo removida, fica incorporada na camada híbrida, e ainda desmineralizar o substrato subjacente, removendo a hidroxiapatite. Esta camada de detritos é incorporada nos *resin tags* aquando infiltração do adesivo. Desta forma, estes adesivos têm como vantagem desmineralizar e infiltrar a estrutura dentária à mesma profundidade, permitindo uma completa penetração do adesivo.^{33,34}

Esta vertente é mais *user-friendly* uma vez que requer menos tempo de aplicação e menos passos, sendo que este adesivo se apresenta sob a forma de dois passos ou de um passo. Comparativamente com os adesivos *etch-and-rinse*, estes adesivos têm uma menor incidência de sensibilidade pós-operatória, isto deve-se à menor agressividade do ácido comparativamente com o ácido ortofosfórico, tendo como consequência uma interação mais superficial com a dentina devido ao seu pH ser menos ácido.³³

A água tem um papel fundamental permitindo a ionização durante a ação destes monómeros acídicos. Na sua composição têm monómeros hidrofílicos, HEMA, que devido ao seu baixo peso molecular conseguem atuar como co-solventes uma vez que minimizam a fase de separação entre a componente hidrofílica e a componente hidrofóbica, aumentando a molhabilidade da superfície da dentina.²⁴

As características da camada híbrida dependem da capacidade que os monómeros funcionais têm ao desmineralizar o substrato dentário, uma vez que estes se tornam neutros ao contactarem com o conteúdo mineral da dentina. Assim a sua classificação está de acordo com a sua acidez conforme a capacidade de extensão que os seus monómeros têm para interagir com o substrato:

- *Strong* (pH inferior a 1): desmineralização profunda, semelhante aos adesivos *etch-and-rinse*, tanto no esmalte como na dentina, no entanto não é removida a *smear layer* uma vez que não se procede à lavagem. Têm a capacidade de formar *resin tags*;
- *Intermediately Strong* (pH entre 1 e 2): interação entre 1 a 2 μm ;
- *Mild* (pH semelhante a 2): interação entre a 1 μm . Desmineralizam parcialmente a dentina deixando uma quantidade substancial de cristais de hidroxiapatite rodeando as fibras de colagénio, sendo possível ocorrer uma interação química;
- *Ultra-mild* (pH superior a 2,5): permitem uma nano-interação.^{13,26}

1.2.1.3. Universais

Os adesivos universais surgiram com o término da patente da equipa japonesa de Kuraray relativamente ao 10-MDP. Estes adesivos baseiam-se no conceito de *all-in-one* proveniente dos adesivos *self-etch*, sendo constituídos por um único frasco que têm como função a de *primer*, ácido e adesivo. O termo “universal” refere-se à larga variedade de estratégias de adesão sendo uma grande vantagem destes adesivos relativamente às gerações prévias, podem ser utilizados como *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching*.^{13,35}

Estes adesivos contêm monómeros funcionais que fazem uma retenção micromecânica, tendo uma composição semelhante aos adesivos *self-etch* de um passo que contêm monómeros de carboxilato e/ou fosfato, nomeadamente o 10-MDP, que interagem quimicamente formando uma ligação iónica hidrolítica estável com o cálcio da hidroxiapatite, promovendo uma interface adesiva estável. Esta ligação química é essencial para a durabilidade da interface adesiva resina-dentina.³⁶⁻³⁸

Estes adesivos têm na sua composição o monómero funcional HEMA, que tal como mencionado nos adesivos *self-etch*, é uma molécula que não só previne a separação dos componentes hidrofílicos e hidrofóbicos da constituição do adesivo, como devido ao seu baixo peso molecular permite atuar como difusor atuando como co-solvente para

outros monómeros menos solúveis em água, e que está presente na composição destes adesivos até 40% de forma a que seja possível atuar como *self-etch*. O facto do monómero HEMA ser uma molécula hidrofílica, permite o aumento do *reuptake* de água por osmose da camada subjacente, a dentina, aumentando a degradação hidrolítica desta interface.^{19,25}

1.2.2. Constituintes dos Sistemas Adesivos

1.2.2.1. Bis-GMA

As resinas *epoxy* eram frequentemente usadas em aplicações industriais e além de terem pouca contração, tinham uma boa adesão à matéria sólida. Os metil metacrilatos, moléculas de rápida polimerização, tinham como desvantagem uma elevada contração de polimerização e baixa rigidez. Um exemplo, é o Bis-GMA (bisfenol A-glicidil metacrilato), também denominado de “Bowen-resin”, devido ao nome do seu inventor e detentor de patente em 1965, constituinte de sistemas adesivos e resinas compostas, semelhante a uma resina *epoxy*, sendo uma molécula em que os grupos *epoxy* foram substituídos por grupos de metacrilato; molécula hidrofóbica, prevenindo a absorção de água após polimerização; de elevada viscosidade quando não polimerizada e consequente resistência mecânica de baixa contração de polimerização. A sua molécula é composta por dois volumosos anéis o que o dotam de uma rigidez superior.³⁹⁻⁴¹

Em 1996, foi descrito por Olea que as resinas tendo como constituinte o Bis-GMA tinham atividade estrogénica, o que levantou uma grande controvérsia relativamente às resinas dentárias uma vez que poderiam aumentar o risco à exposição de BPA – bisfenol A – devido aos seus efeitos citotóxicos.^{42,43}

O Bisfenol A (BPA) é usado nos embrulhos de comida da indústria alimentar, de forma que a ingestão alimentar integra uma ampla exposição a esta molécula. A ingestão diária tolerável é de 50 µg/kg de peso corporal, sendo que a Associação Europeia de Segurança Alimentar, em 2015, reduziu temporariamente este limite para apenas 4 µg/kg de peso corporal. Esta molécula tem a capacidade de interferir no sistema hormonal sendo, portanto um desregulador endócrino, tendo também a capacidade de se ligar a outro tipo de recetores como os recetores andrógenos, da tiroide ou glucocorticoides; determinando assim fortes associações como no desenvolvimento reprodutivo e

metabólico. Apesar de alguns estudos mostrarem que o Bis-GMA não seria hidrolisado em BPA, uma vez que a sua ligação éster impedia a sua hidrólise, outros estudos mostraram que moléculas baseadas em Bis-GMA libertavam BPA. Muitos materiais dentários têm monómeros constituintes derivados do BPA, tal como o Bis-GMA (Figura 1), Bis-EMA e Bis-DMA.^{44,45}

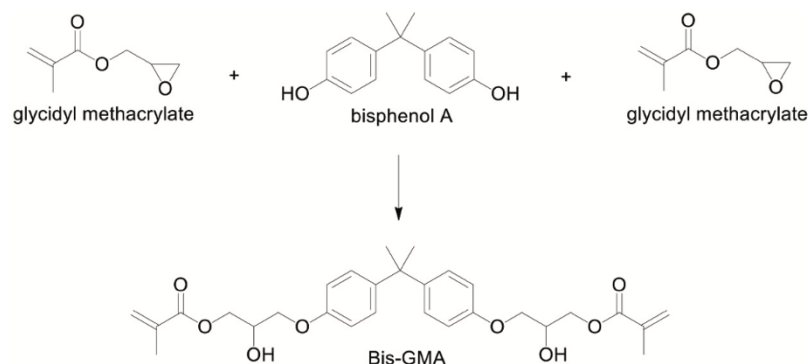


Figura 1 - Síntese de Bisfenol A em Bis-GMA. Adaptado de Šimková 2020.⁴⁴

1.2.2.2. Bis-GMA *free materials*

Devido a estas preocupações com os níveis de exposição ao BPA e devido aos seus efeitos citotóxicos e atividade estrogénica, tem-se procurado monómeros alternativos de forma a desenvolver novos materiais sem Bis-GMA, sendo “BPA-free”, com vista a reduzir estes potenciais níveis de toxicidade.⁴⁶

Outro monómero estudado como alternativa ao Bis-GMA, o UDMA – uretano-dimetacrilato - é dotado de uma baixa viscosidade e elevada flexibilidade, no entanto a sua elevada contração volumétrica e aumento de espaço entre a interface, leva a um aumento de aparecimento de cáries secundárias.⁴²

Têm sido estudados, os macrómeros dendríticos, de forma a serem uma alternativa à elevada contração volumétrica, estando entre estes o G-IEMA, de estrutura dentrítica formando uma estrela com oito pontas que poderá ser uma vantagem na interação com a dentina comparativamente com a estrutura linear do Bis-GMA (Figura 2). O G-IEMA poderá ser um substituto do Bis-GMA, uma vez que alguns autores demonstram que melhorou as taxas de conversão do monómero – possivelmente devido à sua estrutura de octograma e conseqüente facilidade em penetrar na rede de colagénio da dentina – tendo

uma contração de polimerização comparável, uma redução da absorção de água e solubilidade.^{42,43,46,47}

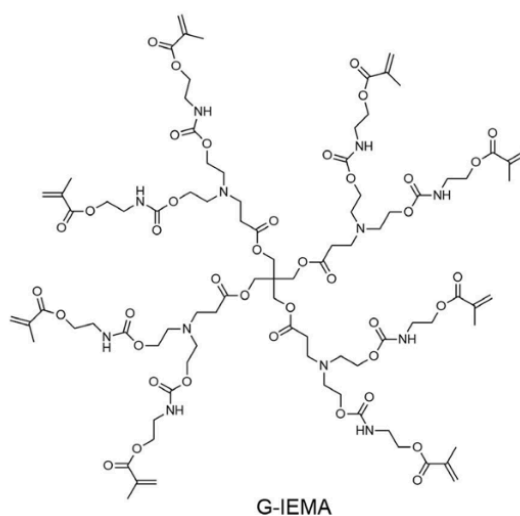


Figura 2 - Estrutura octagonal do G-IEMA. Adaptado de Yu 2015⁴³

1.2.2.3. 10-MDP

O 10-MDP foi sintetizado em Tóquio no Japão por Kuraray Noritake *Dental Ink*, o qual obtinha a sua patente, até então cessada.³⁹

O 10-MDP é um composto químico com um grupo funcional de ácido fosfórico com grande afinidade para a hidroxiapatite, permitindo uma interação química formando uma ligação hidrolítica estável, formando-se 10-MDP sais de cálcio nano-interligados – processo de Adesão-Descalcificação – o grupo fosfato do monómero liga-se ao cálcio da hidroxiapatite de forma iônica libertando íons de cálcio e fosfato, formando cada camada com o sal de cálcio e nas extremidades duas moléculas do monómero 10-MDP.¹³

Esta ligação hidrolítica entre o 10-MDP e os sais de cálcio, formando uma estrutura hidrofóbica, contribui para a estabilidade da interface do adesivo, uma vez que estes sais resistentes à hidrólise podem funcionar como barreira para a degradação hidrolítica da camada adesiva.^{48,49}

1.3. Mecanismos e Princípios de Adesão

A adesão é um processo em que dois substratos se unem, o material restaurador e o substrato dentário. Este processo tem como base a troca de minerais removidos da

estrutura dentária, através do condicionamento ácido, que são substituídos por monómeros de resina que aderem ao substrato dentário (esmalte e dentina, raramente é aplicado no cimento), através das porosidades criadas e posterior polimerização.⁵⁰

O maior desafio é promover uma adesão igualmente eficaz nos diferentes substratos dentários. Enquanto que o esmalte é composto por cerca de 90% de hidroxiapatite e é de relativa fácil secagem; na dentina este processo torna-se mais desafiante devido às componentes intrínsecas da sua estrutura, como a presença de humidade e matéria orgânica, que está mais presente do que no esmalte.³²

Devido à instrumentação mecânica das estruturas dentárias durante as preparações de cavidades, há a formação de *smear layer* sobre o esmalte e dentina, que obstrui os túbulos dentinários, reduzindo assim a permeabilidade em 86% e consequente adesão à dentina.⁵¹⁻⁵⁴

Como foi descrito anteriormente, existem diferentes estratégias de adesão, de forma a ultrapassar esta barreira: eliminando a *smear layer*, utilizando adesivos na vertente *etch and rinse*; ou removendo-a parcialmente, tornando-a mais permeável à impregnação de monómeros dos adesivos aquando sua infiltração de forma a que consigam contactar diretamente com a superfície da dentina, com adesivos *self-etch*.³²

1.3.1. Adesão ao Esmalte

Em 1955, ano em que Buonocore se inspirou na indústria metalúrgica e utilizou ácido fosfórico, a concentração de 95%, para facilitar a adesão em Medicina Dentária, ao constatar que uma das falhas era a fraca adesão à estrutura dentária e se tinha de recorrer à retenção e resistência aquando preparação de uma cavidade.¹⁴

Ao longo dos anos, foram usadas várias concentrações de ácido, no entanto as mais comuns são entre os 34 e 37% de forma a possibilitar uma maior extensão de penetração do adesivo removendo previamente a *smear layer*.⁵⁵ Inicialmente, 60 segundos seria o intervalo de tempo indicado de atuação do ácido fosfórico, no entanto constatou-se que um tempo de 15 segundos tinha resultados semelhantes de adesão e de infiltração.⁵⁷

O esmalte é solúvel quando exposto a condições ácidas. Superficialmente, o ácido cria macro porosidades entre os prismas de esmalte. Ao nível mais profundo do esmalte são criadas micro porosidades devido à desmineralização dos cristais de hidroxiapatite. Esta desmineralização desigual que ocorre através da dissolução dos minerais, aumenta a energia de superfície. Este processo ocorre mais na parte superior de cada prisma de esmalte, sendo que o restante comprimento é mais resistente a esta desmineralização.⁵⁶

O esmalte pode ser seco com ar, ficando visivelmente com um aspeto branco fosco, aumentando a sua energia de superfície que irá permitir uma infiltração dos monómeros de resina por ação de capilaridade.¹⁹

Após a remoção da hidroxiapatite e exposição da rede de colagénio, com alta e baixa energia de superfície respetivamente, o *primer* irá permitir um aumento da energia desta última, fundamental para a adesão.³²

Esta alteração de superfície irregularizada permite que a resina penetre na superfície do substrato dentário por ação de capilaridade, permitindo que os monómeros de resina polimerizem ficando em rede interligados com a superfície de esmalte, formando *tags* de resina fundamentais para o mecanismo de adesão resina-esmalte através de uma retenção micromecânica, promovendo uma larga durabilidade e prevenindo uma precoce infiltração marginal.²³

1.3.2. Adesão à Dentina

Por ser um tecido dinâmico que se altera devido a diversos fatores, a adesão à dentina é menos previsivelmente avaliável do que no esmalte devido às suas diferenças físicas e morfológicas. A adesão, a longo prazo, a este substrato é mais questionável do que na estrutura sobrejacente, o esmalte.¹⁰ Estas diferenças composicionais verificam-se ao nível do volume e arranjo da hidroxiapatite, e movimento centrífugo do fluido dentinário que está aumentado aquando estimulação hidrodinâmica desta camada.⁵¹ É também uma camada em que a adesão é variável, uma vez que ela própria não é uniforme ao longo da sua extensão devido ao número e diâmetro dos túbulos dentinários.⁵⁸

A adesão está também comprometida quando a dentina é instrumentalmente preparada com materiais abrasivos, o que é o mais comum numa atmosfera clínica.⁵⁹ Esta superfície dentinária fica assim recoberta pela *smear layer*.¹⁸

O sucesso adesivo está assim dependente do condicionamento ácido da superfície do substrato, da capacidade de molhabilidade e profundidade de penetração do adesivo. Ainda assim, para se obter uma boa adesão é necessário manter a superfície húmida mantendo os espaços entre as fibras da rede de colagénio.⁵

Relativamente aos adesivos *etch-and-rinse*, uma vez que têm o ácido como passo independente, já se torna mais desafiante devido à composição da dentina, o que confere uma elevada sensibilidade relativamente a este substrato. O ácido irá desmineralizar até cerca de 3 a 5 µm de profundidade, expondo as fibras de colagénio já desprovidas de hidroxiapatite, não as desidratando totalmente as fibras de colagénio de forma a que não colapsem, mantendo a humidade controlada. A dentina não pode ser seca com jato de ar no mesmo intervalo de tempo que o esmalte porque a rede de colagénio quando seca, fica mais compacta devido à falta de água nos espaços interfibrilares, correndo o risco de entrar em colapso bloqueando a entrada do primer e a infiltração do adesivo – fenómeno a que se chama *over-etching*.^{13,26,27}

Em 1992, Kanca descobriu que a presença de água era algo favorável para uma boa adesão, de tal forma que a força adesiva entre resina-dentina teria forças coesivas superiores em relação às forças da própria dentina – desenvolvendo-se assim o conceito de *wet-bonding*. Este processo é explicado através da interação álcool/acetona-água. Este componente integrante do próximo passo, o *primer*, nomeadamente os seus monómeros hidrofílicos dissolvidos, não só provocam a mudança do estado físico da água e que esta se torne volátil como reduz a tensão de superfície da água permitindo que o *primer* se espalhe de forma mais facilitada a todas as superfícies controlando a humidade. Desta forma, o álcool/acetona repele as moléculas de água, permitindo que o *primer* penetre à mesma profundidade ao longo dos túbulos dentinários, mantendo a rede de colagénio hidratada e remover o excesso de água, aumentando a retenção do adesivo, após a evaporação da mesma devido à secagem com jato de ar.^{27,29,30,31,32}

Idealmente, os monómeros de resina infiltrariam-se em todos os espaços da rede de colagénio, formando a camada híbrida, e substituiriam toda a água presente. No

entanto, clinicamente isto não acontece uma vez que não se consegue garantir a evaporação total do solvente e também devido ao movimento centrífugo do fluido dentinário. Caso a dentina fosse totalmente seca e ocorresse o colapso das fibras de colagénio, esta interação da água com a acetona do primer já não existiria uma vez que o primer apenas se depositaria por cima da superfície das fibras de colagénio colapsadas, o que comprometeria uma boa adaptação e conseqüente diminuição das forças adesivas.
27,29,30,31

1.4. Microinfiltração

A microinfiltração está definida pela passagem de fluídos, penetração de bactérias, moléculas e iões presentes na cavidade oral para a interface adesiva, entre o substrato e as margens da restauração, levando à degradação hidrolítica comprometendo a estabilidade da camada híbrida e degradação do colagénio. A durabilidade de uma restauração está dependente do meio externo, devido ao stress mecânico e térmico. Com a sua degradação e conseqüente espaço na interface adesiva, pode levar a sensibilidade dentária quando sujeito a estímulos térmicos e levar a cáries secundárias, além de que visualmente as suas margens ficam com coloração devido a esta retenção de bactérias. Vários fatores influenciam este sucesso como a força adesiva, contração de polimerização, contração térmica, stress mecânico originado pelas forças oclusais ou alterações da estrutura dentária.^{61,62}

A microinfiltração é avaliada e detetada de diversas formas. A técnica mais comum é a penetração de corantes, tais como nitrato de prata, azul de metileno, fucsina básica, eritrosina e até mesmo marcadores radioativos, e visualização após corte em secções. Pode ser também avaliada através de métodos químicos, bacteriológicos, radioisótopos ou com ar comprimido.⁶³⁻⁶⁵

1.4.1. Penetração de corantes

A penetração de corantes, descrita por Grossman em 1939, é um método de rápida execução para avaliar a microinfiltração *in vitro*, este processo envolve a coloração da restauração para deteção da microinfiltração.⁶⁶

Este procedimento passivo que ocorre por capilaridade após submersão das amostras no corante de forma a que percorram os espaços vazios entre a restauração e o dente. Neste processo, as amostras restauradas devem ser seladas com um verniz impermeável à água na estrutura à volta da restauração e embebidas no corante num certo período de tempo. Depois devem ser lavadas e seccionadas para serem avaliadas quanto à microinfiltração. Como corantes com diversos diâmetros de partículas, apresentados em solução ou suspensão e podem ser utilizados a fucsina, eosina, azul de metileno ou tinta da china. Este é um método qualitativo ou semi-qualitativo consoante escala aplicada.^{64,65,67}

1.5. Envelhecimento de amostras

1.5.1. Termociclagem

A longo prazo, o sucesso das restaurações é ditado pela sua longevidade nas condições adversas da cavidade oral, tais como as forças de mastigação, temperatura, humidade, alteração iónica e com influência da dieta. As simulações *in vitro* podem aproximar-se da realidade, nunca simulando exatamente o contexto real uma vez que este pode ter diversas variações.⁶⁸

A termociclagem foi utilizada nos anos de 1952 e é um meio de simulação do envelhecimento variando ciclicamente a temperatura quente e fria de forma a simular as temperaturas na cavidade oral. Em 1999 Gale e Darvell concluíram que 10.000 ciclos correspondem a 1 ano na cavidade oral *in vivo* aproximadamente. Os banhos quentes aceleram o processo de hidrólise da interface adesiva levando à sua degradação, uma vez que a absorção de água está relacionada com a diminuição do módulo de elasticidade da resina e que por sua vez se torne permeável à passagem de água. Esta alteração tende a simular a expansão térmica do dente e do material da restauração.^{67,69,70}

II. OBJETIVO DO ESTUDO

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

2.1. Hipóteses Experimentais

- **H0₁**: Não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *etch-and-rinse*.
- **H0₂**: Não existem diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais sem Bis-GMA e os sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *etch-and-rinse*.
- **H1₁**: Verificam-se diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *etch-and-rinse*.
- **H1₂**: Verificam-se diferenças significativas na microinfiltração marginal, entre os sistemas adesivos universais experimentais sem Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais comerciais, na vertente *etch-and-rinse*.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Âmbito do estudo

O presente estudo de investigação, foi aprovado por unanimidade pela Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz (Anexo I), decorrendo segundo as regras da mesma.

Os dentes foram recolhidos dos doentes, que autorizaram assinando, o consentimento informado de exodontia (Anexo II).

Esta investigação foi realizada no Laboratório de Biomateriais do Instituto Universitário Egas Moniz, Monte de Caparica, Portugal.

3.2 Seleção da Amostra

Foram utilizados 36 molares humanos hígidos, extraídos há menos de seis meses, por motivos periodontais ou ortodônticos (Figura 3). Após exodontia, a amostra foi lavada com água corrente, e a remoção de tecidos aderidos com instrumentos de corte manual. A desinfeção da amostra foi feita com solução de cloramina-T trihidratada a 0,5%, durante um período inferior a uma semana e posteriormente armazenada em água destilada a uma temperatura de 4°C, renovada semanalmente até ao início do estudo laboratorial.



Figura 3 - Amostra utilizada, dentes molares

Os dentes foram seccionados em duas metades resultando em 72 espécimes aleatoriamente distribuídos por doze grupos, sendo que seis grupos não foram submetidos a tratamento e a outra metade foi submetida a um período de termociclagem, cada um com seis dentes por grupo (n=6), de acordo com o sistema adesivo utilizado.



- Grupo 1: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) sem termociclagem;
- Grupo 2: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) com termociclagem;
- Grupo 3: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) sem termociclagem;
- Grupo 4: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) com termociclagem;
- Grupo 5: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) sem termociclagem;
- Grupo 6: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) com termociclagem;
- Grupo 7: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) sem termociclagem;
- Grupo 8: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) com termociclagem;
- Grupo 9: Scotchbond™ Universal (SBU) sem termociclagem;
- Grupo 10: Scotchbond™ Universal (SBU) com termociclagem;
- Grupo 11: Futurabond® M+ (FUT) sem termociclagem;
- Grupo 12: Futurabond® M+ (FUT) com termociclagem.

3.3 Material Utilizado





Foram utilizados dois sistemas adesivos universais experimentais com Bis-GMA (AE1, Grupos 1 e 2; AE1 + 10-MDP, Grupos 3 e 4) e dois sistemas adesivos universais experimentais sem Bis-GMA (AE2, Grupos 5 e 6; AE2 + 10-MDP, Grupos 7 e 8). O sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA (AE2, Grupos 5 e 6; e AE2 + 10-MDP, Grupos 7 e 8) foi formulado com G-IEMA, de forma a substituir o Bis-GMA na sua composição química.



A tabela 5 identifica os materiais utilizados, respetiva composição, lote e pH correspondentes.

Tabela 5 - Listagem de Material

Material	Fabricante	Composição	pH	Lote (Validade)	Imagem ilustrativa
Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA	-	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; Água; Etanol; CQ	2,28	-	
Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado	-	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; Água; Etanol; CQ	2,10	-	

Estudo da Microinfiltração Marginal de Sistemas Adesivos Universais Experimentais, com e sem Bis-GMA, na vertente Etch-and-Rinse

Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA	-	10-MDP; G-IEMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; Água; Etanol; CQ	4,49	-	
Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado	-	10-MDP; G-IEMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; Água; Etanol; CQ	3,45	-	
Scotchbond™ Universal	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	10-MDP; Resinas dimetacrilato; HEMA; Copolímero Vitrebond; Partículas de preenchimento; Etanol; Água; Iniciadores; Silano	2,81	10421A (15/03/2023)	
Futurabond® M+	VOCO GmbH, Cuxhaven, Alemanha	HEMA; Bis-GMA; Etanol; Monómero ácido adesivo; UDMA; Ácidos Silícos Pirogénicos	2,07	2118141 (28/03/2024)	

Ácido Ortofosfórico 37%	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	Gel de ácido ortofosfórico 37%	0,1	-	
Resina Maxima® Natural Elegance Cor A2/B2	Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany	Metacrilatos; vidro de bário silanizado; sílica amórfica hidrofobizada	-	K35198 (31/12/2023)	
Fucsina Básica	-	Solução de Fucsina básica 0,5%	-	-	-

3.4. Preparação da Amostra

Todos os procedimentos laboratoriais foram realizados pelo mesmo operador.

Em cada amostra dentária foram executadas duas cavidades para restauração, de classe II de Black, nas faces mesial e distal, com uma máquina criada por Manso em 2011⁷¹ (Figura 4). Os dentes foram colocados num suporte de acrílico com cera colante de forma a ficarem estabilizados para se proceder à execução da cavidade (Figura 5). Utilizou-se uma broca cónica arredondada 856.025 de grão grosso (Diatech®, Coltene Whaledent Inc., Alemanha) (Figura 6), sendo renovada a cada grupo de amostras, de forma a garantir a sua eficácia de corte, com dimensões de 4 mm no sentido mesio-distal e 3 mm de profundidade (Figura 7)

A aplicação do sistema adesivo usado para cada grupo, foi segundo a técnica *etch-and-rinse*, seguindo as normas dos respetivos fabricantes (Tabelas 6, 7, 8, 9, 10 e 11). Todas as cavidades das amostras foram restauradas com resina composta nanohíbrida (Maxima® Natural Elegance, Henry Schein Dental, Inc., EUA) na cor A2/B2 (Figura 8) (Tabela 12).



Figura 4 - Máquina utilizada para cavidades.



Figura 5 - Posicionamento da amostra no bloco de acrílico em relação à máquina

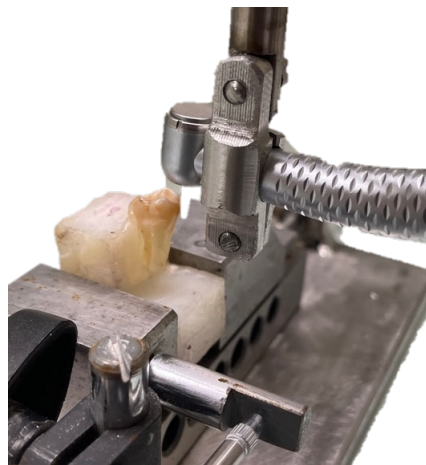


Figura 6 - Posicionamento da amostra em relação à máquina



Figura 5 - Amostra com duas cavidades

Tabela 6 - Protocolo de preparação do Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) segundo as instruções do fabricante.

Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1)

1. Aplicar ácido ortofosfórico 37% no esmalte e dentina (15 segundos);
2. Lavar (20 segundos);
3. Secar (5 segundos);
4. Aplicar adesivo e esfregar (20 segundos);
5. Secar (5 segundos);
6. Fotopolimerizar (60 segundos).

Tabela 7 - Protocolo de preparação do Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) segundo as instruções do fabricante.

Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP)

1. Aplicar ácido ortofosfórico 37% no esmalte e dentina (15 segundos);
2. Lavar (20 segundos);
3. Secar (5 segundos);
4. Aplicar adesivo e esfregar (20 segundos);
5. Secar (5 segundos);
6. Fotopolimerizar (60 segundos).

Tabela 8 - Protocolo de preparação do Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) segundo as instruções do fabricante.

Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2)

1. Aplicar ácido ortofosfórico 37% no esmalte e dentina (15 segundos);
2. Lavar (20 segundos);
3. Secar (5 segundos);
4. Aplicar adesivo e esfregar (20 segundos);
5. Secar (5 segundos);
6. Fotopolimerizar (60 segundos).

Tabela 9 - Protocolo de preparação do Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) segundo as instruções do fabricante.

Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP)

1. Aplicar ácido ortofosfórico 37% no esmalte e dentina (15 segundos);
2. Lavar (20 segundos);
3. Secar (5 segundos);
4. Aplicar adesivo e esfregar (20 segundos);
5. Secar (5 segundos);
6. Fotopolimerizar (60 segundos).

Tabela 10 - Protocolo de preparação Sistema Adesivo Comercial Scotchbond™ Universal segundo as instruções do fabricante.

Scotchbond™ Universal (SBU)

1. Aplicar ácido ortofosfórico 37% no esmalte e dentina (15 segundos);
2. Lavar (20 segundos);
3. Secar (5 segundos);
4. Aplicar adesivo (20 segundos);
5. Secar (5 segundos);
6. Fotopolimerizar (10 segundos).

Tabela 11 - Protocolo de preparação Sistema Adesivo Comercial Futurabond® M+ segundo as instruções do fabricante.

Futurabond® M+ (FUT)
1. Aplicar ácido ortofosfórico 37% no esmalte e dentina (15 segundos);
2. Lavar (20 segundos);
3. Secar (5 segundos);
4. Aplicar adesivo (20 segundos);
5. Secar (5 segundos);
6. Fotopolimerizar (10 segundos).

Tabela 12 - Protocolo de Aplicação de Resina Composta segundo as instruções do fabricante.

Resina Composta Maxima® Natural Elegance
1. Colocar o material em incrementos de 2mm;
2. Fotopolimerizar (20 segundos).

O fotopolimerizador utilizado foi o modelo COXO DB686 (Londres, Reino Unido).

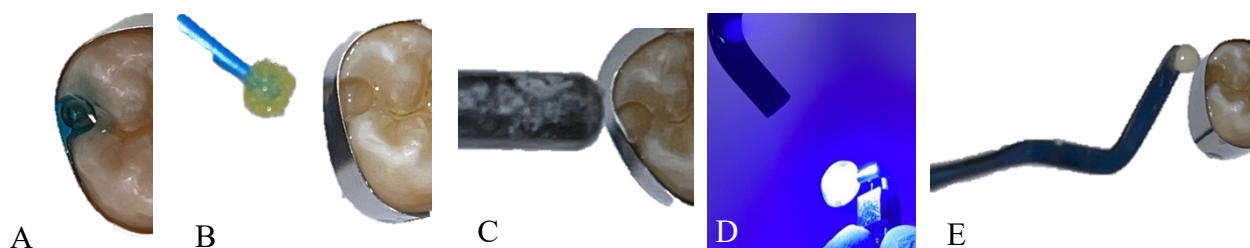


Figura 6 - Ilustração de passos específicos de preparação das amostras. A - Aplicação de ácido ortofosfórico; B - Aplicação do adesivo; C - Secagem leve do adesivo; D - Fotopolimerização; E - Aplicação de resina composta.

As amostras, colocadas em água destilada, foram armazenadas em estufa Memmert INE 400 (Mettler, Alemanha) a 37°C durante 24 horas (Figura 9).

Após este período, as amostras foram sujeitas a um período de envelhecimento térmico, equivalente a 1 ano na cavidade oral, no termociclador THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Alemanha) (Figura 10), por um período de 10.000 ciclos entre banhos quentes e frios, de água destilada, de 55°C e 5°C, respetivamente, com uma duração de 30 segundos.



Figura 7 - Estufa Memmert INE 400 (Mettler, Alemanha)



Figura 8 - Termociclador THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Alemanha)

Após envelhecimento, todas as amostras foram seladas com duas camadas de verniz incolor em que se procedeu ao selamento da raiz e até 1mm circundante da restauração. Após secagem do verniz, as amostras foram colocadas num banho de fucsina básica 0,5% 24 horas, novamente em estufa a 37°C.

Após este período as amostras foram seccionadas no micrótomoto de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca), com refrigeração (Figura 11) no sentido perpendicular ao longo eixo do dente (Figura 12 e 13)



Figura 9 - Micrótomoto de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca)



Figura 10 - Processo de secção da amostra



Figura 11 - Amostra seccionada

3.5. Observação e Quantificação da Amostra

As amostras foram observadas através de uma lupa estereoscópica Leica MZ6 (Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Alemanha) e quantificadas da seguinte forma, de acordo com a penetração do corante (Figura 14):

- 0 - Inexistente penetração do corante;
- 1 - Penetração do corante em esmalte;
- 2 - Penetração do corante até à dentina, excluindo a parede pulpar da restauração;
- 3 - Penetração do corante incluindo dentina, atingindo a parede pulpar da restauração.

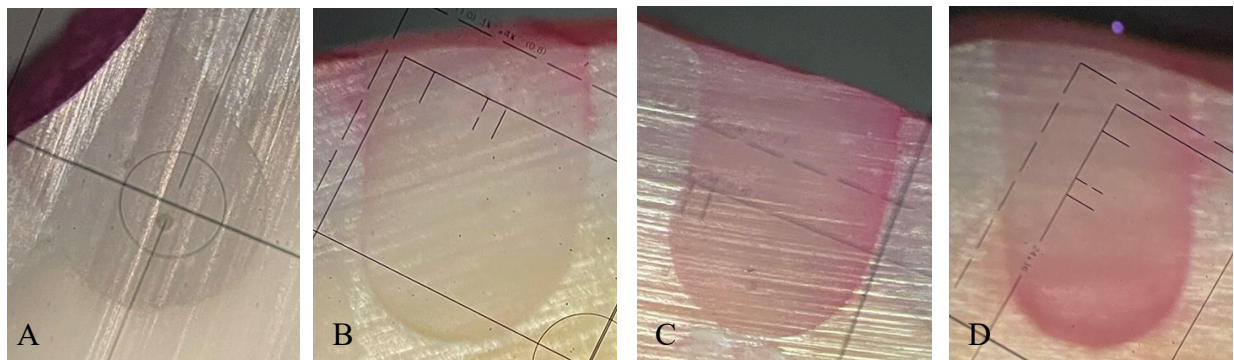


Figura 12 - Quantificação da penetração do corante. A - Penetração de grau 0; B - Penetração de grau 1; C - Penetração de grau 2; D - Penetração de grau 3.

IV. RESULTADOS

As amostras foram avaliadas quanto à microinfiltração marginal segundo os seus grupos de sistemas adesivos utilizados - Grupo 1: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) sem termociclagem (Figura 15); Grupo 2: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1) com termociclagem (Figura 15); Grupo 3: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) sem termociclagem (Figura 16); Grupo 4: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) com termociclagem (Figura 16); Grupo 5: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) sem termociclagem (Figura 17); Grupo 6: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) com termociclagem (Figura 17); Grupo 7: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) sem termociclagem (Figura 18); Grupo 8: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) com termociclagem (Figura 18); Grupo 9: Scotchbond™ Universal (SBU) sem termociclagem (Figura 19); Grupo 10: Scotchbond™ Universal (SBU) com termociclagem (Figura 19); Grupo 11: Futurabond® M+ (FUT) sem termociclagem (Figura 20); Grupo 12: Futurabond® M+ (FUT) com termociclagem (Figura 20).

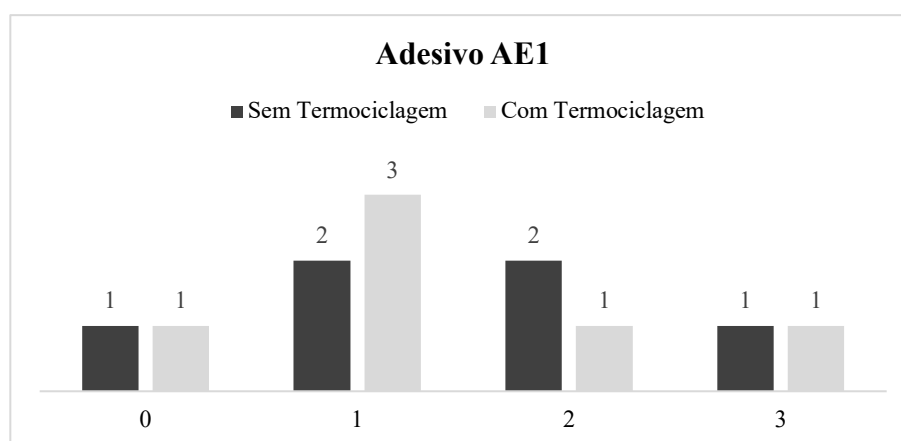


Figura 13 - Grau de Infiltração do grupo 1 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE1.

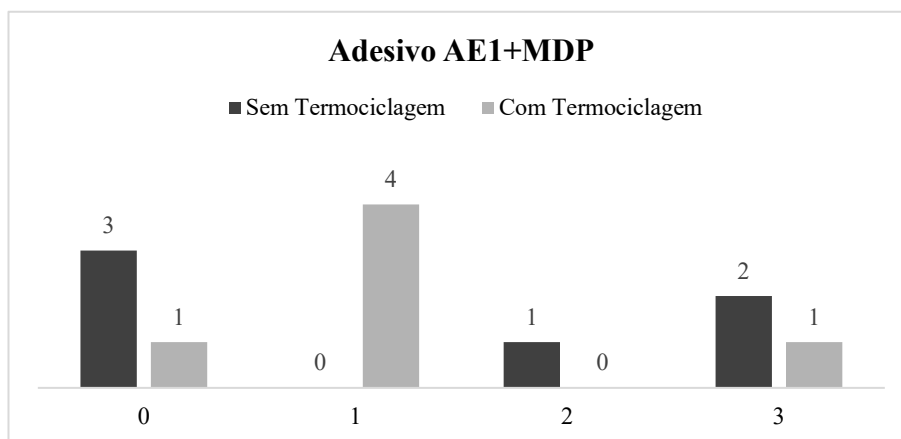


Figura 14 - Grau de Infiltração do grupo 2 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE1+MDP.

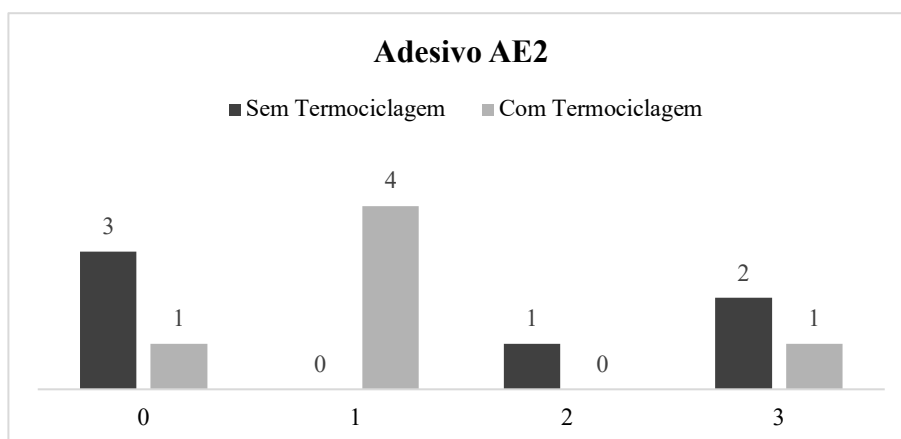


Figura 15 - Grau de Infiltração do grupo 3 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE2.

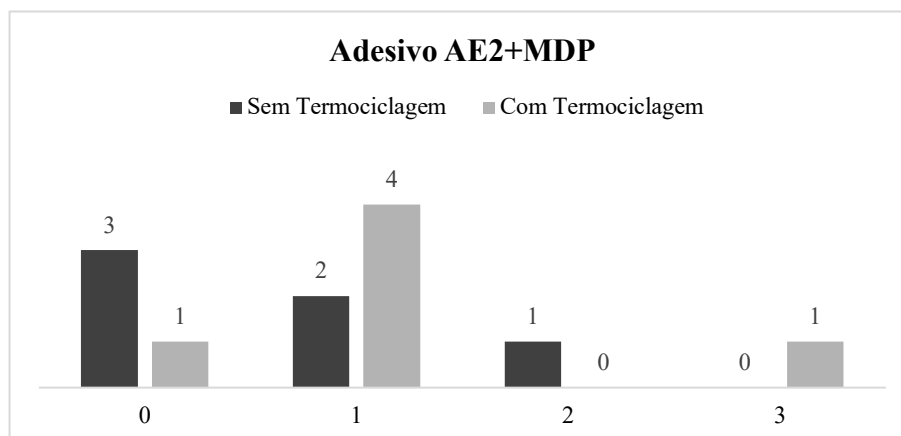


Figura 16 - Grau de infiltração do grupo 4 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo AE2+MDP.

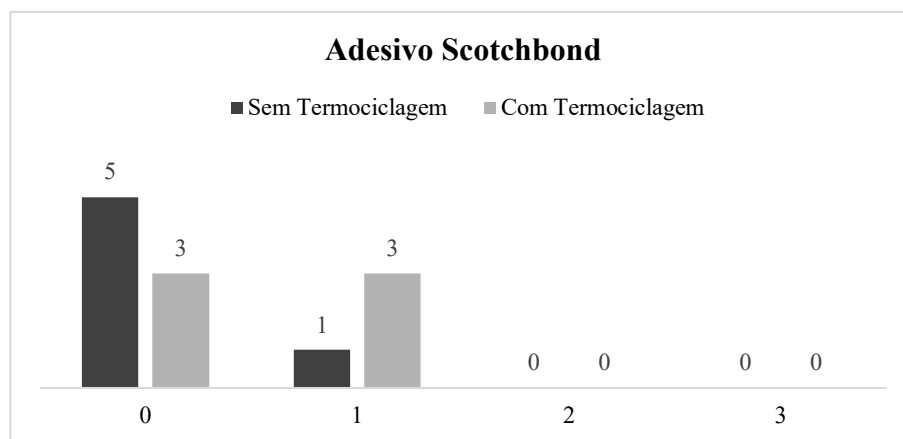


Figura 17 - Grau de Infiltração do grupo 5 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo Scotchbond™ Universal.

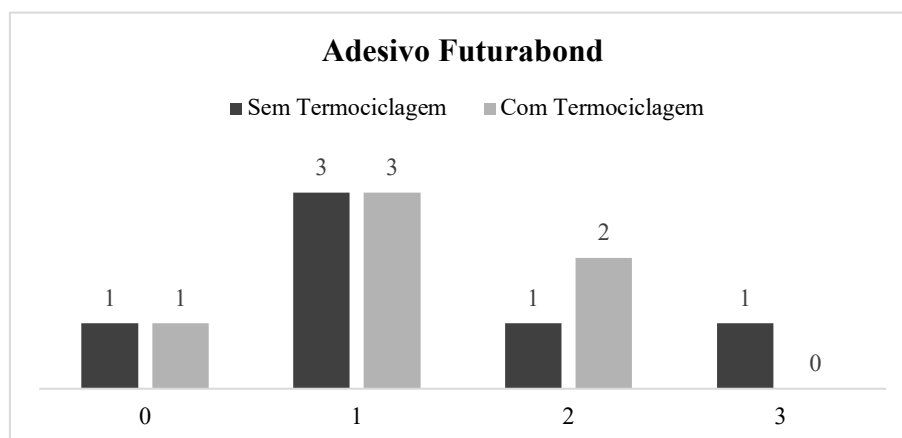


Figura 18 - Grau de Infiltração do grupo 6 em relação ao número de amostras relativamente ao adesivo Futurabond® M+.

As seguintes figuras fazem um comparativo relativamente aos graus de penetração entre os grupos sem termociclagem (Figura 21) e os grupos com Termociclagem (Figura 22).

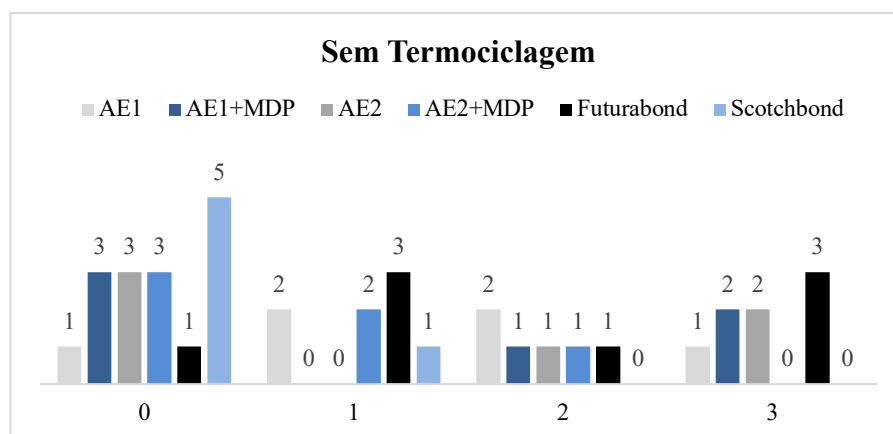


Figura 19 - Grau de infiltração relativamente aos adesivos sem Termociclagem.

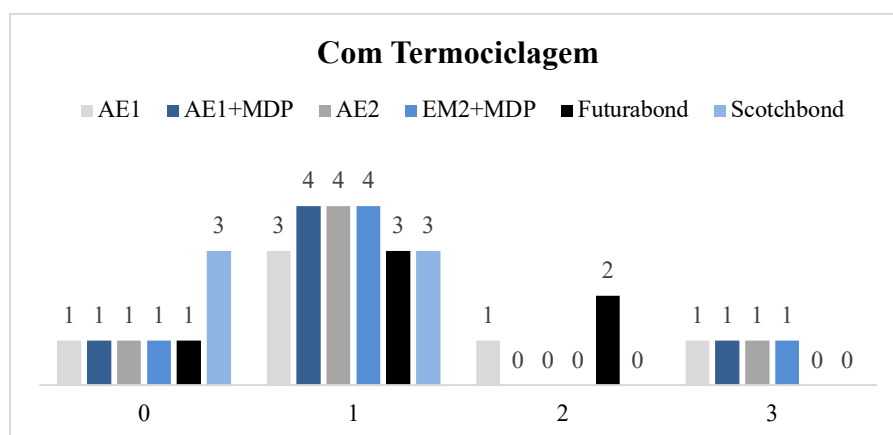


Figura 20 - Grau de infiltração relativamente aos adesivos com Termociclagem.

4.1. Análise Estatística dos Resultados

No sentido de avaliar o nível de infiltração em 6 adesivos diferentes sob dois tratamentos, ponderou-se a aplicação do modelo de regressão ordinal, uma vez que a variável dependente do modelo (infiltração) foi medida numa escala ordinal.

No entanto, todas as aplicações do modelo, com e sem interação entre os 2 fatores indicados e considerando diferentes funções de ligação (Cauchit, Probit, Logit, Complementary Log-Log e Negative Log-Log) e medidas de qualidade de ajustamento do modelo (Pseudo R^2 de Cox and Snell, de Nagelkerke e de McFadden) revelaram que o modelo é não significativo e, conseqüentemente, apresenta muito fraca qualidade de

ajustamento aos dados. Apesar da significância do modelo ter diminuído bastante com a remoção do fator de interação do modelo, essa diminuição não atingiu relevância estatística, uma vez que se situou sempre acima do valor típico de 5%.

Nestas condições, e de acordo com a estrutura sem interação entre fatores, optou-se por proceder à comparação do grau de penetração entre diferentes adesivos, independentemente do tratamento, usando o teste de Kruskal-Wallis (Tabela 14), e entre tratamentos, independentemente do tipo de adesivo, com o teste de Mann-Whitney (Tabela 16).

Na primeira dessas comparações, verificou-se que não existem diferenças significativas ($p = 0,07$) entre adesivos no que respeita ao grau de penetração (Tabela 13):

Tabela 13 – Comparação da penetração independentemente do tipo de tratamento.

Ranks			
	Adesivo	N	Mean Rank
Infiltração	AE1	12	44,08
	AE1+MDP	12	38,88
	AE2	12	38,88
	AE2+MDP	12	34,13
	Futurabond	12	41,71
	Scotchbond	12	21,33
	Total	72	

Tabela 14 - Teste de Kruskal-Wallis.

Test Statistics^{a,b}	
	Infiltração
Kruskal-Wallis H	10,171
df	5
Asymp. Sig.	,071

a. Kruskal Wallis Test

b. Grouping Variable: Adesivo

Na comparação entre tratamentos, verificou-se que não existem diferenças no que respeita ao grau de infiltração (0,559) (Tabela 15):

Tabela 15 - Comparação entre o tipo de tratamento.

		Ranks		
	Tratamento	N	Mean Rank	Sum of Ranks
Infiltração	Não	36	35,14	1265,00
	Sim	36	37,86	1363,00
	Total	72		

Tabela 16 - Teste de Mann-Whitney.

Test Statistics^a	
	Infiltração
Mann-Whitney U	599,000
Wilcoxon W	1265,000
Z	-,584
Asymp. Sig. (2-tailed)	,559

a. Grouping Variable: Tratamento

V. DISCUSSÃO

Com o desenvolvimento contínuo da área da adesão e conseqüente simplificação dos materiais é de grande preocupação a sua constituição de forma a que os seus constituintes sejam biocompatíveis e sem conseqüências a longo prazo ao nível da saúde. Assim um dos constituintes dos sistemas adesivos, o Bis-GMA, tem sido alvo de estudo uma vez que poderá ter implicações devido a um dos seus constituintes - o Bisfenol A (BPA) - que é um componente que compõe polímeros e que por sua vez constituem os plásticos.^{44,45}

Devido ao seu risco de toxicidade tem-se vindo a procurar outras alternativas a este composto de forma a reduzir a exposição relativamente a este componente. Uma das apostas como alternativa tem sido o G-IEMA, que é um macrómero dendrítico já usado na constituição de resinas compostas e agora em sistemas adesivos.^{46,47}

Este estudo teve como objetivo avaliar a microinfiltração de dois sistemas adesivos universais experimentais, com e sem Bis-GMA, e de dois sistemas adesivos universais comerciais com Bis-GMA, na vertente *etch-and-rinse*.

Esta investigação foi realizada *in vitro* e foram utilizadas técnicas laboratoriais que estão em conformidade com as normas ISO/TS 11405:2015, que fornecem um padrão para estudos laboratoriais seguindo um conjunto de orientações relativamente à seleção, armazenamento e manipulação do substrato dentário.

Neste estudo foram utilizados seis adesivos universais: dois adesivos comerciais, Scotchbond™ Universal (SBU) e Futurabond® M+ (FUT); e quatro adesivos experimentais: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1), Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP), Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2) e Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado. Estes adesivos experimentais foram primeiramente sintetizados em 2019 e 2020 por Vasconcelos e Cruz, em que avaliou as propriedades físico-químicas e a adesão à dentina.^{46,47}

Este estudo laboratorial na vertente *etch-and-rinse* foi efetuado simultaneamente enquanto decorria outro estudo *in vitro* na técnica de *self-etch*.

Para esta investigação *in vitro* foram utilizados 36 molares hígidos, extraídos há menos de seis meses e posteriormente desinfetados com uma solução de cloramina-T trihidratada a 0,5% num período inferior a uma semana. O seu armazenamento foi feito em água destilada a 4°C e sua renovação semanal.

A preparação das amostras, com a máquina criada por Manso em 2011⁷², foi feita com duas cavidades, classe II de Black, nas faces mesial e distal com uma broca cónica arredondada de grão grosso. Depois das amostras serem restauradas com cada adesivo segundo as normas dos respetivos fabricantes, foram armazenadas em estufa a 37°C durante 24 horas.

Para o período de envelhecimento, as amostras foram submetidas a um período equivalente a 1 ano na cavidade oral, sendo colocadas num termociclador por um período de 10.000 ciclos alternados entre banhos frios e quentes de 5°C e 55°C, respetivamente, de 30 segundos cada.^{61,67,69}

Existem diversas técnicas para deteção da microinfiltração, neste estudo procedeu-se ao método de penetração de corante com fucsina básica utilizada por diversos autores, entre os quais Khoroushi.⁶¹ As amostras foram previamente seladas com duas camadas de verniz incolor e novamente armazenadas em estufa durante 24 horas. Este método de penetração de corante é um método bastante utilizado devido à sua simplicidade e rápida execução, sendo, portanto, uma técnica muito utilizada.^{64,65}

A microinfiltração marginal foi avaliada através da lupa estereoscópica e classificada segundo uma escala semi-qualitativa segundo as normas ISO 11405:2015. Para se realizar esta avaliação, as amostras foram seccionadas no sentido perpendicular ao longo eixo do dente no micrótopo de tecidos duros. Este corte é frequentemente usado noutros estudos uma vez que permite a total observação do material restaurador e a interface dentinária com a penetração do corante escolhido. No entanto, este método tem como desvantagem o corte não ser exatamente no mesmo local entre amostras, sendo o local escolhido para este corte de forma aleatória e como consequência, não ser o local em que teve maior penetração do corante, sendo que a microinfiltração poderá ser subestimada e conseqüente observação de um grau diminuto, em relação ao que seria efetivamente o grau de infiltração correto.⁶⁵

Relativamente aos resultados obtidos verificou-se que não existem diferenças significativas entre os seis adesivos no que respeita ao grau de infiltração ($p = 0,07$).

Na pesquisa bibliográfica, não foram encontrados estudos que tenham utilizado os mesmos materiais e métodos e não existem estudos relativamente à microinfiltração marginal destes Sistemas Adesivos Universais Experimentais, sendo difícil comparar os resultados obtidos nesta investigação. Desta forma, foi necessário comparar estudos com materiais e métodos diferentes, mas com um objetivo similar.

Sendo assim será feito um comparativo entre pH dos sistemas adesivos uma vez que estes estão classificados em três grupos: *immediately strong* (entre 1 e 2), *mild* (semelhante a 2) e *ultra-mild* (superior a 2,5). Esta classificação está relacionada com a capacidade que os materiais têm ao desmineralizar o esmalte e a dentina. Na categoria de *mild* inserem-se os adesivos: Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA (AE1), Sistema Adesivo Experimental com Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE1 + 10-MDP) e Futurabond® M+ (FUT). Na categoria de *ultra-mild* temos: Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA (AE2), Sistema Adesivo Experimental sem Bis-GMA com 10-MDP aumentado (AE2 + 10-MDP) e Scotchbond™ Universal (SBU).

Kermanshah em 2017 avaliou a microinfiltração do adesivo Scotchbond™ Universal, um adesivo *ultra-mild*, em que este apresentou um grau de penetração superior relativamente aos adesivos do presente estudo.⁷³ Nessa investigação, foi utilizado como corante para penetração, o nitrato de prata que tem um tamanho de partícula de 0,059 nm, diferindo da fucsina básica usada neste trabalho laboratorial.⁷⁴ A escala de penetração usada no estudo de Kermanshah considerou uma escala entre 0 e 4⁷², o que pode explicar o grau de penetração superior.

Por outro lado, Shafiei em 2021, estudou também a microinfiltração do adesivo Scotchbond™ Universal tendo efetuado tratamento de termociclagem, ciclos de banhos quentes e frios de 55 e 5°C, de 1500 ciclos comparativamente aos 10.000 ciclos que se efetuou no presente estudo. Tal como não encontramos diferenças significativas nesta investigação, Shafiei também não encontrou.⁷⁵

Os resultados contrários encontrados em ambos estes estudos, mostram que ainda é necessário desenvolver investigações futuras de forma a que se obtenha resultados sem tamanha discrepância.

Alguns estudos comparam a utilização de adesivos nas técnicas *etch-and-rinse* e *self-etch*, estudando a degradação hidrolítica provocada pela microinfiltração comprometendo a interface adesivo-substrato. Em 2016, Karaman constatou que os adesivos *self-etch* de um passo tinham os resultados de microinfiltração mais elevados devido à ausência do uso de ácido como passo independente, o que não iria condicionar o esmalte resultando nessa fraca adesão.⁷⁶ Comparativamente com o presente estudo, foi utilizada a técnica *etch-and-rinse* o que pressupõe o uso de ácido como passo independente o que justifica os valores de microinfiltração mais baixos comparativamente.

Esta investigação foi realizada *in vitro* e os seus resultados apresentam algumas limitações comparativamente ao meio da cavidade oral que apresenta diversos fatores variáveis que podem modificar os resultados no que diz respeito ao comportamento dos adesivos em estudo. Apesar disto, os estudos *in vitro* são vantajosos para obtermos uma avaliação *a priori* próxima do que seria a realidade *in vivo*.

VI. CONCLUSÕES

1. Com este estudo podemos concluir que, os adesivos experimentais com a molécula de Bis-GMA na sua constituição não tiveram influência nos resultados da microinfiltração marginal sem termociclagem.
2. O adesivo experimental com G-IEMA não influenciou a microinfiltração marginal depois de um período de envelhecimento correspondente a um ano, relativamente aos adesivos em estudo.
3. Relativamente à microinfiltração marginal entre os sistemas adesivos universais experimentais, com e sem Bis-GMA, e os sistemas adesivos universais comerciais, podemos concluir que não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas.
4. A hipótese de utilização de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA não é descartada uma vez que tem resultados de microinfiltração marginal semelhantes aos sistemas adesivos universais estudados com Bis-GMA.

Assim, hipóteses nulas $H0_1$ e $H0_2$ são aceites.

Como perspetivas futuras este sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA é favorável para futuras investigações promissoras e a longo prazo, de forma a que seja permitido conhecer o comportamento do adesivo nas mais variadas condições. Dada a escassa variedade de publicações relativamente a este tema é de relevância pertinente analisar este adesivo através de:

- Estudos que avaliem a integridade da interface adesiva por microinfiltração marginal com diferentes tipos de protocolo de envelhecimento;
- Comparar com os diversos sistemas adesivos universais presentes no mercado;
- Estudos que esclareçam a eficácia deste sistema adesivo nos diferentes substratos com e sem cárie, de forma a que se aproxime da realidade clínica.

VII. BIBLIOGRAFIA

1. Ritter AV, Walter R., Boushell L. W. Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry. 7th ed. St Louis: Elsevier; 2018.699 p.
2. Berkovitz B, Moxham B, Lindern R, Sloan A. Master Dentistry Volume 3 Oral Biology. 1st ed. Churchill Livingstone; 2011. 312 p.
3. Chhaliyil P, Schoel B, Chhalliyil P. Assessing nonabrasive use of charcoal and its adsorptive microbial properties as a dentifrice. 2021;12(2):67–73.
4. Shahmoradi M, Bertassoni LE, Elfallah HM, Swain M. Fundamental Structure and Properties of Enamel, Dentin and Cementum. 2014;511–47.
5. Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CMP, Teixeira EC. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth-Adhesive Interface. Dent Clin North Am. 2017;61(4):713-731.
6. Akasapu A, Hegde U, Murthy P. Enamel surface morphology: An ultrastructural comparative study of anterior and posterior permanent teeth. J Microsc Ultrastruct. 2018;6(3):160.
7. Dusevich V, Xu C, Wang Y, Walker MP, Gorski JP. Identification of a protein-containing enamel matrix layer which bridges with the dentine-enamel junction of adult human teeth. Arch Oral Biol. 2012;57(12):1585–94.
8. Betancourt DE, Baldion PA, Castellanos JE. Resin-Dentin Bonding Interface: Mechanisms of Degradation and Strategies for Stabilization of the Hybrid Layer. Int J Biomater. 2019;2019:5268342.
9. Breschi L, Maravic T, Cunha SR, Comba A, Cadenaro M, Tjäderhane L, et al. Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. Dent Mater. 2018;34(1):78–96.
10. Carvalho RM, , Leo Tjaderhane, Adriana P. Manso MRC& CARC. Cohesive and Dispersive Configurations in Settlement Patterns of the Northern Anasazi: A Hypothesis. Endod Top. 2012;2012(21):62–88.

11. Walker MP, Fricke BA. Dentin-Enamel Junction of Human Teeth. In: Akay M, editor. Wiley Encyclopedia of Biomedical Engineering. John Wiley & Sons, Inc; Hoboken, NJ: 2006.1061–1064.
12. Marshall GW, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: Structure and properties related to bonding. *J Dent*. 1997;25(6):441–58.
13. Sezinando A. Looking for the ideal adhesive – A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial* 2014;5(4):194-206
14. Buonocore M. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res*. 1955;34:849–853.
15. Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. *Arch Oral Biol*. 1968;13(1):61-70.
16. Gwinnett AJ, Matsui A. A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. *Arch Oral Biol* 1967;12:1615–1620.
17. Eick J, Wilko R, Anderson C, Sorensen S. Scanning electron microscopy of cut tooth surfaces and identification of debris by use of the electron microprobe. *J Dent Res*. 1970;49:1359-1368.
18. Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH, Robinson SJ. Current concepts on adhesion to dentin. *Crit Rev Oral Biol Med*. 1997;8(3):306–35.
19. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent*. 2020;22(1):7-34.
20. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res*. 1979;58(4):1364-70.
21. Fusayama T. *New Concepts in Operative Dentistry*. Chicago: Quintessence Publishing Company Inc., 1980:13-156.

22. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265–273.
23. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003;28(3):215-235.
24. Sofan E, Sofan A, Palaia G, Tenore G, Romeo U, Migliau G. Classification review of dental adhesive systems: from the IV generation to the universal type. *Ann Stomatol (Roma)*. 2017;8(1):1–17.
25. Rodrigues S, Oliveira N, Chasqueira F, Portugal J, Arantes-Oliveira S. Permeabilidade dentinária e morfologia da interface adesiva de diferentes sistemas adesivos. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*. 2015;57(1):42-50.
26. Perdigão J, Araujo E, Ramos RQ, Gomes G, Pizzolotto L. Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. *J Esthet Restor Dent*. 2021;33(1):51-68.
27. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*. 2011;27(1):1-16.
28. Pashley DH, Ciucchi B, Sano H. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int* 1993;24:618–31.
29. Kanca J. Improved bond strength through acid-etching of dentin and bonding to wet dentin surfaces. *J Am Dent Assoc* 1992;123:35–43.
30. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/dentin interface with wet bonding. *J Dent Res* 2003;82:141–5.
31. Silva e Souza MH Jr, Carneiro KG, Lobato MF, Silva e Souza Pde A, de Góes MF. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use. *J Appl Oral Sci*. 2010;18(3):207-14.

32. Perdigão J. New Developments in Dental Adhesion. *Dent Clin North Am.* 2007;51(2):333–57.
33. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27(1):17-28.
34. Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlan R, Steier L. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. *J Evid Based Dent Pract.* 2016;16(2):96-106.
35. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent.* 2014;42(7):800-7.
36. Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *J Adhes Dent.* 2019;21(1):87-95.
37. Perdigão J, Swift EJ. Universal adhesives. *J Esthetic Restor Dent* 2015;27:331–4.
38. Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigão J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2019;107(6):2121-2131.
39. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007;28(26):3757-85.
40. Bowen RL. Composite and sealant resins--past, present, and future. *Pediatr Dent.* 1982;4(1):10-5.
41. Söderholm KJ, Mariotti A. BIS-GMA--based resins in dentistry: are they safe? *J Am Dent Assoc.* 1999;130(2):201-9.
42. Yu B, Liu F, He J. Preparation of low shrinkage methacrylate-based resin system without Bisphenol A structure by using a synthesized dendritic macromer (G-IEMA). *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014;35:1-8.

43. Yu B, Liu F, He J, He Y, Lin Z. Preparation of Bis-GMA-free dental restorative composites with dendritic macromer (G-IEMA). *Adv. Polym. Technol.* 2015;34(4):215-19.
44. Šimková M, Tichý A, Dušková M, Bradna P. Dental composites - a low-dose source of bisphenol A? *Physiol Res.* 2020;69(Suppl 2):S295-S304.
45. Fleisch AF, Sheffield PE, Chinn C, Edelstein BL, Landrigan PJ. Bisphenol A and related compounds in dental materials. *Pediatrics.* 2010;126(4):760-8.
46. Vasconcelos e Cruz J, Brito J, Polido M, Gonçalves, L. A new experimental adhesive system containing G-IEMA – physicochemical properties. *Journal of Adhesion Science and Technology.* 2019;33(4):418-432.
47. Vasconcelos E Cruz J, Polido M, Brito J, Gonçalves LL. Dentin Bonding and SEM Analysis of a New Experimental Universal Adhesive System Containing a Dendrimer. *Polymers (Basel).* 2020;12(2):461.
48. Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *J Dent Res.* 2018;97(9):1010-1016.
49. Carrilho E, Cardoso M, Marques Ferreira M, Marto CM, Paula A, Coelho AS. 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability-A Systematic Review. *Materials (Basel).* 2019;12(5):790.
50. Cardoso M V., De Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, et al. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J.* 2011;56(Suppl. 1):31–44.
51. Ghazali FBC. Permeability of Dentine. *Malaysian J Med Sci.* 2003;10(1):27–3
52. Pashley DH. The effects of acid etching on the pulpodentin complex. *Oper Dent* 1992;17(6):229-42
53. Eick JD, Cobb CM, Chappell RP, Spencer P, Robinson SJ. The dentinal surface: its influence on dentinal adhesion. Part I. *Quintessence Int.* 1991;22(12):967-77.

54. Perdigão J. Dentin bonding as a function of dentin structure. *Dent Clin North Am.* 2002;46(2):277–301.
55. Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: A comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dent Mater.* 2009;25(11):1459–67.
56. Salvati E, Besnard C, Harper RA, Moxham T, Shelton RM, Landini G, Korsunsky AM. Finite Element Modelling and Experimental Validation of the Enamel Demineralisation Process at the Rod Level. *J Adv Res.* 2020;29:167-177.
57. Barkmeier WW, Erickson RL, Kimmes NS, Latta MA, Wilwerding TM. Effect of enamel etching time on roughness and bond strength. *Oper Dent.* 2009;34(2):217–22.
58. Lo Giudice G, Cutroneo G, Centofanti A, Artemisia A, Bramanti E, Militi A, Rizzo G, Favalaro A, Irrera A, Lo Giudice R, Cicciù M. Dentin Morphology of Root Canal Surface: A Quantitative Evaluation Based on a Scanning Electronic Microscopy Study. *Biomed Res Int.* 2015;2015:164065.
59. Saikaew P, Chowdhury AF, Fukuyama M, Kakuda S, Carvalho RM, Sano H. The effect of dentine surface preparation and reduced application time of adhesive on bonding strength. *J Dent.* 2016;47:63-70.
60. Van Meerbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin–dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992;71:1530–40.
61. Khoroushi M, Ehteshami A. Marginal microleakage of cervical composite resin restorations bonded using etch-and-rinse and self-etch adhesives: two dimensional vs. three dimensional methods. *Restorative Dentistry & Endodontics.* 2016;41(2):83–90.
62. Fabianelli A, Pollington S, Davidson CL, Cagidiaco MC, Goracci C. The relevance of microleakage studies. 2007.

63. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010;26(2):100-21.
64. Taylor MJ, Lynch E. Microleakage. *J Dent* 1992;20:3-10.
65. Veríssimo DM, Vale MS. Methodologies for assessment of apical and coronal leakage of endodontic filling materials: a critical review. *Journal of oral science.* 2006;48(3)-93-8.
66. Grossman LI. (1939) A study of temporary fillings as hermetic sealing agents. *J. Dent. Res.* 1939;18:67-71.
67. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res.* 2005;84(2):118-32.
68. Morresi AL, D'Amario M, Capogreco M, Gatto R, Marzo G, D'Arcangelo C, Monaco A. Thermal cycling for restorative materials: does a standardized protocol exist in laboratory testing? A literature review. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2014 Jan;29:295-308.
69. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent.* 1999 Feb;27(2):89-99.
70. Sangwichit K, Kingkaew R, Pongprueksa P, Senawongse P. Effect of thermocycling on the durability of etch-and-rinse and self-etch adhesives on dentin. *Dent Mater J.* 2016;35(3):360-8.
71. ISO/TS 11405:2015 (2015). ISO. Disponível em: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:ts:11405:ed-3:v1:en>.
72. Manso AG, González-Lopez S, Bolaños-Carmona V, Mauricio PJ, Félix SA, Carvalho PA. Regional bond strength to lateral walls in class I and II ceramic inlays luted with four resin cements and glass-ionomer luting agent. *J Adhes Dent.* 2011;13(5):455-65.

73. Kermanshah H, Khorsandian H. Comparison of microleakage of Scotchbond™ Universal Adhesive with methacrylate resin in Class V restorations by two methods: Swept source optical coherence tomography and dye penetration. *Dent Res J (Isfahan)*. 2017;14(4):272-281.
74. Costa JF, Siqueira WL, Loguercio AD, Reis A, Oliveira Ed, Alves CM, Bauer JR, Grande RH. Characterization of aqueous silver nitrate solutions for leakage tests. *J Appl Oral Sci*. 2011;19(3):254-9.
75. Shafiei F, Dehghani Z, Jowkar Z. The influence of the operator's experience on the microleakage of two universal adhesives. *Clin Exp Dent Res*. 2021 May 26.
76. Karaman E, Güler E. Marginal Adaptation of Class V Restorations with a New Universal Adhesive. *Int J Periodontics Restorative Dent*. 2016;36(1):125-30.

ANEXO I – Aprovação da Comissão de Ética

Comissão de Ética EGAS MONIZ



Proc. Interno nº 936

Ex.ma Senhora
Catarina Henriques

Monte de Caparica, 28 de janeiro de 2021.

Ex.ma Senhora,

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

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz

Prof. Doutora Maria Fernanda de Mesquita

ANEXO II – Consentimento informado para exodontia



CONSENTIMENTO INFORMADO PARA EXODONTIA

Eu, _____
portador do C.C. nº _____, válido até _____
após ter recebido as informações que me foram transmitidas durante a elaboração do diagnóstico clínico e radiográfico e não tendo condição de receber tratamento conservador e consequente permanência na cavidade oral por _____
(motivo da exodontia), **consinto na realização da(s) exodontia(s) do(s) dente(s)** _____, bem como na respetiva **Doação dos Órgãos em questão ao Banco de Dentes Humanos do Instituto Universitário Egas Moniz**, a fim de posterior utilização, sem fins lucrativos, em pesquisa científica e ensino, preservando a minha identidade.

_____ de _____ de _____

Assinatura do doente _____

Assinatura do responsável pela recolha _____