



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**ESTUDO DA RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA APÓS
TERMOCICLAGEM DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL
SEM BIS-GMA, NA VERTENTE *ETCH-AND-RINSE***

Trabalho submetido por
Marta Jacinta Pereira da Costa
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

novembro de 2021



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

ESTUDO DA RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA APÓS TERMOCICLAGEM DE UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL SEM BIS-GMA, NA VERTENTE *ETCH-AND-RINSE*

Trabalho submetido por
Marta Jacinta Pereira da Costa
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutora Joana Vasconcelos e Cruz

e coorientado por
Prof. Doutor Mário Polido

novembro de 2021

Ao meu avô Zé, com a certeza que ele está profundamente orgulhoso da neta...

AGRADECIMENTOS

São várias as pessoas a quem gostaria de deixar um agradecimento especial:

À minha orientadora, Prof. Doutora Joana Vasconcelos e Cruz, por ser uma inspiração tanto a nível pessoal como profissional. A paixão que nutre por aquilo que faz é admirável.

Ao meu coorientador, Prof. Doutor Mário Polido, pela prontidão e disponibilização dos materiais necessários.

Ao Professor Doutor José Brito, pelo auxílio na análise estatística.

Aos meus pais, por tudo aquilo que me permitiram alcançar. Ao meu irmão, por ser o meu exemplo de força. Aos meus avós, por serem o meu maior porto de abrigo.

Às minhas colegas de box, Sara e Mariana, por tudo aquilo que partilhamos. Foi um prazer crescer nesta área com vocês do meu lado.

Ao Francisco, por ter sido o meu braço direito nesta aventura. Foi O amigo de todas as horas, literalmente.

À minha família de praxe, em especial, à Cate, por ser A madrinha. À Zuca, pelo abraço na altura certa.

À Nési, ao Memoce, à Rafa, à Bia e à Mags por serem a minha segunda casa. Grata por vocês, puas.

Ao Ricardo, à Rita e à Lapa, por estarem sempre comigo, ainda que a quilómetros de distância.

Ao pessoal da residência, por me terem permitido desanuviar.

E a todos aqueles que acreditaram em mim, o meu eterno obrigada.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência adesiva à dentina, por microtração (μ TBS), de um sistema adesivo universal experimental com G-IEMA na vertente *Etch-and-Rinse* (ER), após termociclagem.

Materiais e Métodos: 20 molares humanos permanentes hígidos foram distribuídos de forma aleatória em 4 grupos ($n=5$): (1) SBU - Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); (2) FUT - Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany); (3) EM1 - Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA; (4) EM2 - Sistema adesivo universal experimental com G-IEMA. Após a exposição da dentina superficial e simulação do *smear layer*, foi aplicado o sistema adesivo selecionado para cada grupo, através da técnica *etch-and-rinse*. A resina composta Maxima® Natural Elegance (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany) foi aplicada em incrementos de 2 mm, até perfazer 6 mm de altura. Após um período de envelhecimento de 10 000 ciclos de termociclagem, as amostras foram seccionadas em palitos de 1 mm². O teste de microtração foi efetuado a uma velocidade de 0,5 mm/min numa máquina de testes universal, e a resistência adesiva calculada em MPa. A análise estatística foi realizada em SPSS, seguindo um modelo linear misto, para um nível de significância de 5%.

Resultados: Não se verificaram diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva após envelhecimento entre o sistema adesivo universal com G-IEMA (EM2) e os sistemas adesivos universais com Bis-GMA (SBU, FUT e EM1) ($p = 0,817$).

Conclusões: Após envelhecimento, o sistema adesivo universal com G-IEMA apresentou resultados de resistência adesiva equivalentes aos adesivos com Bis-GMA, evidenciando que a utilização do G-IEMA parece ser uma vantagem na formulação de novos adesivos.

Palavras-chave: dentina, *etch-and-rinse*, microtração, G-IEMA.

ABSTRACT

Purpose: To assess microtensile bond strength (μ TBS) to dentin of an experimental universal adhesive system with G-IEMA using the etch-and-rinse approach after thermocycling.

Materials and Methods: 20 extracted caries-free human teeth were randomly assigned to 4 groups (n=5): (1) SBU - Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); (2) FUT - Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany); (3) EM1 - Universal adhesive system with Bis-GMA; EM2 - Universal adhesive system with G-IEMA. After exposing the dentin surface and simulating the smear layer, the adhesive system selected for each group was applied using the etch-and-rinse technique. Resin composite build-ups with Maxima® Natural Elegance (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany) were constructed, with 2 mm increments, up to 6 mm. After an aging period of 10 000 thermocycling cycles, the samples were sectioned into 1mm² beams. The μ TBS was performed at a crosshead speed of 0,5 mm/min in a universal testing machine and the mean values of dentin bond strength calculated in MPa. Statistical analysis was performed in SPSS, following a mixed linear model, for a significance level of 5%.

Results: There were no statistically significant differences in μ TBS values after aging between the universal adhesive system with G-IEMA (EM2) and the universal adhesive systems with Bis-GMA (SBU, FUT and EM1) ($p = 0,817$).

Conclusions: After aging, the experimental universal adhesive system with G-IEMA revealed similar dentin bond strength that the adhesives with Bis-GMA, showing that the use of G-IEMA seems to be an advantage in the new adhesive formulations.

Keywords: dentin, etch-and-rinse, microtensile bond strength, G-IEMA.

ÍNDICE

I. INTRODUÇÃO	13
1. Substratos dentários	13
1.1. Esmalte	14
1.2. Dentina	14
2. <i>Smear layer</i>	15
3. Adesão	15
3.1. Sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i>	17
3.2. Sistemas adesivos <i>self-etch</i>	19
3.3. Sistemas adesivos universais.....	21
3.3.1. Composição dos sistemas adesivos universais.....	22
4. Degradação da interface adesiva	24
5. Novos adesivos experimentais	25
6. Envelhecimento das amostras	27
7. Testes de avaliação da resistência adesiva	28
7.1. Norma ISO/TS 11405:2015	28
7.2. Teste de microtração	28
8. Enquadramento do estudo	29
II. OBJETIVO	31
1. Hipóteses de estudo	31
III. MATERIAIS E MÉTODOS	33

1. Amostra de estudo.....	33
2. Materiais.....	33
3. Preparação da amostra.....	36
4. Termociclagem.....	40
5. Teste de microtração	41
6. Análise estatística.....	42
IV. RESULTADOS.....	43
V. DISCUSSÃO.....	47
VI. CONCLUSÃO	53
1. Relevância clínica	53
2. Perspetivas futuras	54
VII. BIBLIOGRAFIA	55

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - Classificação dos sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i>	17
Figura 2 - Classificação dos sistemas adesivos <i>self-etch</i>	20
Figura 3 - Classificação dos sistemas adesivos universais.....	22
Figura 4 - Estrutura química do G-IEMA (adaptado de Vasconcelos e Cruz et al., (2019)	27
Figura 5 - Exemplo da amostra recolhida	33
Figura 6 - 1- Dente fixo à base acrílica com cera colante; 2- Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark)	36
Figura 7 - 1- Remoção da polpa; 2- Selamento da câmara pulpar	36
Figura 8 - 1- Simulação do <i>smear layer</i> na dentina; 2- Máquina Polidora (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark)	37
Figura 9 - Protocolo de preparação dos diferentes grupos: 1- Aplicação do ácido ortofosfórico; 2- Lavagem da superfície dentinária; 3- Secagem da superfície dentinária; 4- Aplicação do sistema adesivo; 5- Secagem com leve jato de ar; 6- Fotopolimerização do adesivo; 7- Aplicação da resina composta; 8- Fotopolimerização da resina composta	38
Figura 10 - Fotopolimerizador COXO DB 686 (Foshan COXO Medical Instrument Co. Ltd).....	40
Figura 11 - Termocicladora THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany)	40
Figura 12 - Máquina de testes universal	41
Figura 13 - Gráfico de dispersão dos valores de resistência adesiva nos 4 sistemas adesivos utilizados, considerando um máximo de 10 palitos por dente.....	43

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Composição dos materiais dentários utilizados	34
Tabela 2 - Instruções do fabricante para a aplicação dos materiais dentários utilizados	39
Tabela 3 - Esquema representativo dos diferentes tipos de falha (D - Dentina; R - Resina).....	42
Tabela 4 - Critérios de informação para as estruturas de covariância homogênea	44
Tabela 5 - Testes de efeito fixo tipo III	44
Tabela 6 - Média e desvio-padrão (MPa) da μ TBS à dentina obtida em cada um dos grupos	45
Tabela 7 - Percentagem dos tipos de falha obtidos em cada grupo após o teste de μ TBS	45

LISTA DE ABREVIATURAS

BPA – bisfenol A

Bis-GMA – bisfenol A-glicidil metacrilato

Bis-DMA – bisfenol A-dimetacrilato

CDEM - Clínica Dentária Egas Moniz

CQ – canforoquinona

FUT – Futurabond[®] M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)

IUEM – Instituto Universitário Egas Moniz

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

H₃PO₄ - ácido ortofosfórico

HEMA – hidroxietil metacrilato

MEV - microscopia eletrónica de varrimento

MMPs - metaloproteinases da matriz

MPa – megapascal

µm – micrómetro

µTBS – *microtensile bond strength*

mm – milímetro

mm/min – milímetro por minuto

mW/cm² – miliwatt por centímetro quadrado

min – minuto

SBU – Scotchbond[™] Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

SPSS - *Statistical Package for the Social Sciences*

TEGDMA – dimetacrilato de trietilenoglicol

UDMA – uretano-dimetacrilato

10-MDP – 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato

I. INTRODUÇÃO

Com o surgimento de novos materiais restauradores, foram implementadas técnicas mais conservadoras no que diz respeito aos preparos cavitários (Perdigão & Swift, 2015).

Os novos conhecimentos sobre a etiologia, diagnóstico e tratamento de lesões de cárie aliados à introdução de novos adesivos reduziram substancialmente a necessidade de preparações dentárias extensas (Perdigão & Swift, 2015). Desde então, a evolução das técnicas adesivas permitiu o alcance de uma dentisteria minimamente invasiva (Nagarkar et al., 2019).

A procura por tratamentos minimamente invasivos levou à realização de preparos cavitários mais conservadores e por isso também mais dependentes do comportamento dos sistemas adesivos (Miyazaki et al., 2014).

A produção de um sistema adesivo que reúna características como a redução do tempo clínico, a diminuição da sensibilidade pós-operatória e a promoção de uma adesão mais eficaz a longo prazo é um desafio (Carvalho et al., 2004).

Ainda que os sistemas adesivos tenham evoluído bastante, a interface adesiva continua a ser o principal problema das restaurações (Sirisha et al., 2014). Posto isto, a pesquisa por novos materiais assume uma maior relevância.

1. Substratos dentários

A estrutura dentária mineralizada é composta por esmalte, dentina e cimento – que apresentam propriedades essenciais na sustentação das forças mastigatórias (em conjunto com o ligamento periodontal) e também na prevenção de possíveis fraturas que possam ocorrer (Nanci, 2017; Ross & Pawlina, 2016; Shahmoradi et al., 2014).

A durabilidade do dente depende da estrutura e das propriedades dos tecidos individuais. Sabendo que o esmalte e a dentina são os tecidos dentários a que se aderem materiais restauradores, é necessário compreender toda a sua organização de forma a

respeitar um princípio biomimético na execução das mais variadas restaurações (Magne & Douglas, 1999).

1.1. Esmalte

O esmalte é o tecido mais duro do organismo humano, visto que possui um conteúdo maioritariamente mineral (cerca de 96% de hidroxiapatite de cálcio), em comparação com o seu conteúdo orgânico e água, que correspondem a 4% (Nanci, 2017; Park et al., 2008). Apesar da elevada dureza, graças ao seu conteúdo inorgânico, o esmalte é também considerado um tecido frágil, uma vez que não consegue suportar forças de mastigação sem fraturar. Por este motivo, a dentina, que é mais elástica, permite-lhe manter a sua integridade, prevenindo a possibilidade de fratura. Ao contrário da dentina, o esmalte é acelular e não tem como ser regenerado ou reparado (Chiego, 2019; Nanci, 2017). Relativamente à cor, esta oscila entre o branco amarelado e o branco acinzentado, e devido à sua translucidez, os tons da dentina afetam a sua cor (Ferraris & Muñoz, 2009).

1.2. Dentina

A dentina é um tecido duro, elástico e avascular que constitui a maior componente estrutural da peça dentária e delimita a câmara pulpar (Carvalho et al., 2012). É caracterizada pela sua arquitetura tubular que envolve os prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos, que comunicam diretamente com a polpa, e que garantem a formação e preservação da dentina (Berkovitz et al., 2009).

No que concerne à sua composição, a dentina tem por volta de 70% de hidroxiapatite, 10% de água e 20% de matéria orgânica – na sua maioria colagénio tipo I (Nanci, 2017). A adesão à dentina é um desafio, já que esta possui uma alta quantidade de matéria orgânica e uma natureza húmida (Sezinando, 2014).

Existem três tipos de dentina: primária, secundária e terciária (reacional ou reparadora). A dentina primária constitui a maior parte do dente. A sua deposição acontece até que o dente esteja erupcionado e entre em oclusão. Esta inclui a dentina do manto, que forma a junção amelodentinária, abrangendo também uma zona de dentina

globular que possui áreas hipomineralizadas; e a dentina circumpulpar que compreende a dentina intertubular e a dentina peritubular. A formação da dentina secundária começa quando o dente contacta com o seu antagonista. Finalmente, a dentina terciária (reacional ou reparadora) é produzida em reação a estímulos traumáticos, tendo em vista a proteção da polpa. Existe ainda a pré-dentina que diz respeito à camada de dentina a ser estabelecida (Chiego, 2019; Goldberg et al., 2011; Nanci, 2017).

2. *Smear layer*

O *smear layer* corresponde a uma camada de detritos que se forma quer na superfície do esmalte quer na superfície da dentina. Resulta da instrumentação mecânica destes substratos (com recurso a instrumentos de corte manual ou rotativo) (Pashley et al., 1988; Spencer et al., 2010). Variações nos instrumentos utilizados podem provocar alterações na morfologia do *smear layer* (Miyazaki et al., 2014; Tani & Finger, 2002).

Tem na sua composição fragmentos de hidroxiapatite, colagénio desnaturado, saliva e bactérias (Perdigão, 2010).

Assim, o *smear layer* dificulta a adesão, uma vez que os detritos que se depositam sobre a superfície dos substratos dentários criam uma camada, que varia entre os 0,5µm e os 5µm de espessura, e que vai dificultar a difusão do sistema adesivo. Além disso, as partículas de menores dimensões do *smear layer* têm a capacidade de obstruir os túbulos dentinários, dando origem à formação dos *smear plugs*, que alteram a permeabilidade dentinária (Marshall et al., 1997; Perdigão, 2010).

3. Adesão

O conceito de adesão abrange diversas áreas e envolve interações moleculares na interface adesiva entre os vários materiais. Em Medicina Dentária, este princípio é empregue quer na união do dente ao material restaurador quer na união entre os diferentes materiais restauradores (Marshall et al., 2010; Perdigão, 2007).

Os mecanismos que asseguram a adesão dos substratos dentários aos materiais resinosos são os seguintes: mecânico, que ocorre quando há infiltração da resina na superfície irregular, formação da camada híbrida e consecutivo aparecimento de *resin tags* no substrato dentinário; adsorção, que se dá quando o adesivo se liga quimicamente à hidroxiapatite ou ao colagénio tipo I; difusão, que resulta na precipitação de substâncias na superfície com as quais os monómeros de resina estabelecem uma adesão química ou mecânica; estes três mecanismos podem até estar associados (Ritter et al., 2019).

A eficácia adesiva depende muito da energia de superfície. Quanto maior for a energia de superfície, maior a probabilidade do adesivo estabelecer contacto íntimo com o substrato. Portanto, clinicamente, são vários os métodos que favorecem um aumento da energia de superfície: remoção de contaminantes através de solventes; condicionamento ácido; ou profilaxia com pastas abrasivas (Hilton et al., 2013).

No ano de 1955, foi introduzida a técnica de condicionamento ácido ao esmalte por Buonocore, a fim de possibilitar a adesão de resina acrílica a este substrato. O condicionamento ácido é responsável pelas microporosidades que aparecem na superfície do esmalte e que vão facilitar a infiltração de materiais resinosos, viabilizando uma retenção maioritariamente micromecânica (Buonocore, 1955; Buonocore et al., 1968; Sezinando, 2014).

Em 1979, o condicionamento ácido à dentina foi introduzido por Fusayama, a partir da técnica *total-etch* - o condicionamento ácido é feito no esmalte e na dentina ao mesmo tempo (Fusayama, 1992; Fusayama et al., 1979; Van Meerbeek et al., 2020).

No ano de 1982, Nakabayahi, Kojima e Masuhara instituíram o conceito de camada híbrida, ao provarem que os monómeros resinosos penetravam na matriz de colagénio exposta pelo condicionamento ácido da dentina. A camada híbrida é “uma estrutura formada nos tecidos dentários duros, pela desmineralização da superfície e subsuperfície, seguida pela infiltração e polimerização dos monómeros” (Coelho et al., 2012). Esta camada de matriz orgânica contém hidroxiapatite residual, colagénio, resina e água (Perdigão, 2007). É uma estrutura que evita a sensibilidade pós-operatória e o aparecimento de cárie secundária e diminui as tensões provocadas pela contração de polimerização (Perdigão, 2007; Salvio et al., 2013).

Embora as diferenças entre o esmalte e a dentina sejam inúmeras, ainda se procura que a adesão seja favorável em ambos os substratos dentários. Contrariamente à adesão ao esmalte, a adesão à dentina é mais questionável, tendo em conta o grau de humidade e o elevado conteúdo orgânico característicos deste substrato. Deste modo, para evitar a falha da restauração adesiva, é necessária uma ligação química que promova longevidade de resistência de união ao tecido dentinário (Van Meerbeek et al., 2011; Van Meerbeek et al., 2020).

3.1. Sistemas adesivos *etch-and-rinse*

Nos sistemas adesivos *etch-and-rinse*, o ácido ortofosfórico é aplicado previamente aos restantes componentes, seguindo-se a lavagem da superfície, o que permitirá remover totalmente o *smear layer* e os *smear plugs*, e respetiva secagem (Alex, 2015; Peumans et al., 2005).

Estes sistemas adesivos podem apresentar-se sob a forma de 2 ou 3 passos. Nos sistemas adesivos de 2 passos, após o condicionamento ácido, o *primer* e o *bond* são colocados em conjunto, já que estão combinados no mesmo frasco. Nos sistemas adesivos de 3 passos, após a aplicação de ácido ortofosfórico, o *primer* e o *bond* são aplicados individualmente (Van Meerbeek et al., 2003; Van Meerbeek et al., 2010) (Figura 1).

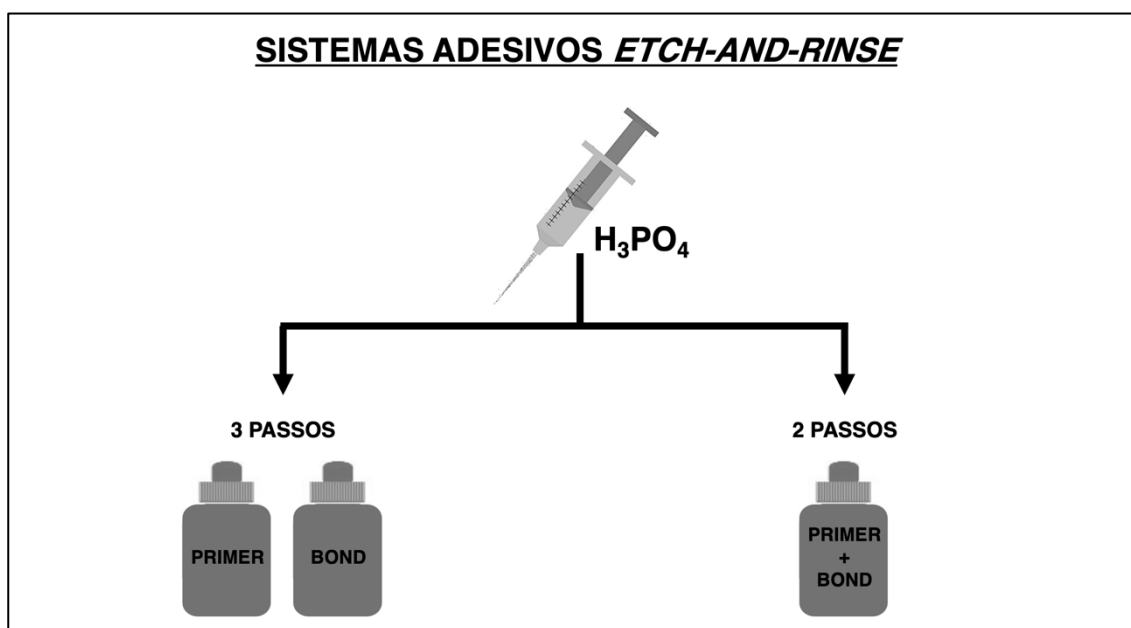


Figura 1 - Classificação dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*

O uso destes sistemas adesivos faz com que o condicionamento ácido ao esmalte promova a desmineralização da hidroxiapatite, criando macro e microporosidades, responsáveis pelo aumento da energia de superfície, assegurando uma boa molhabilidade e consecutiva infiltração dos monómeros resinosos (Muñoz et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2010).

Na dentina, o condicionamento ácido provoca uma desmineralização, que abre os túbulos dentinários e expõe a matriz de colagénio, onde serão dispostos os monómeros resinosos, formando a camada híbrida (Ritter et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2010). Porém, o condicionamento ácido neste substrato não deve ultrapassar os 15 segundos, de forma a impedir um *over-etching*, porque quanto maior for a desmineralização, mais difícil será a infiltração do adesivo em profundidade (Van Meerbeek et al., 2020). Deste modo, o colagénio não sofre modificações a nível estrutural (Miyazaki et al., 2014).

Após a aplicação do ácido ortofosfórico, lava-se a superfície condicionada. A água passa a substituir o conteúdo mineral da dentina, conseguindo-se um substrato constituído em grande parte por água e também colagénio (Sezinando, 2014). Após a lavagem, deve remover-se delicadamente a água em excesso utilizando um *spray* de ar (Erickson et al., 2009).

Ao contrário do esmalte, é importante manter a humidade da dentina desmineralizada, a fim de evitar o colapso das fibras de colagénio. Deste modo, é possível a formação da camada híbrida (Anusavice et al., 2013).

Contudo, deve ter-se em atenção o excesso de água que pode levar a uma posterior hidrólise da infiltração na interface. Daí o auxílio do *primer* para manter a hidratação da matriz de colagénio, ao mesmo tempo que remove o excesso de água (Anusavice et al., 2013; Coelho et al., 2012).

O *primer* é uma solução composta por monómeros que apresentam dois grupos funcionais: um grupo hidrofóbico que facilita a impregnação dos monómeros de resina e um grupo hidrofílico que permite a união à rede de colagénio. Os monómeros do *primer* são diluídos em acetona, álcool ou água que, por serem compostos voláteis, removem o excesso de água da dentina, permitindo, portanto, a infiltração dos monómeros resinosos

na rede de colagénio (Anusavice et al., 2013; Coelho et al., 2012; Hilton et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2020).

Sequentemente, é aplicado o *bond*, que contém essencialmente monómeros hidrofóbicos (Van Landuyt et al., 2005). Este vai penetrar a matriz de colagénio e copolimerizar com o *primer* anteriormente aplicado, formando a camada híbrida que, em conjunto com os *resin tags*, vai propiciar a retenção micromecânica da restauração a compósito (Ritter et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2020).

Embora exista uma predisposição para simplificar os sistemas adesivos, os *etch-and-rinse* são os mais utilizados (Van Meerbeek et al., 2020). Ao contrário dos sistemas de 2 passos, os de 3 passos apresentam uma maior eficácia a longo prazo e, por isso, são considerados o *gold standard* (Cardoso et al., 2011; Pashley et al., 2011).

3.2. Sistemas adesivos *self-etch*

Os sistemas adesivos *self-etch* contêm *primers* ácidos, promovendo a aplicação do ácido juntamente com o *primer* (Van Meerbeek et al., 2003). Assim, é eliminada a fase de lavagem do ácido e, dessa forma, o *smear layer* e o fosfato de cálcio dissolvido não são removidos, ficando incorporados na camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2020).

Estes sistemas adesivos são classificados em 1 ou 2 passos. Ao contrário dos *self-etch* de 2 passos, onde o *primer* ácido e o adesivo são dispostos em diferentes soluções; os de 1 passo, denominados *all-in-one*, abrangem todos os componentes numa só solução, o que resulta numa técnica mais *user-friendly* e menos sensível (Perdigão, 2007; Sezinando, 2014; Sofan et al., 2017; Van Meerbeek et al., 2011) (Figura 2).

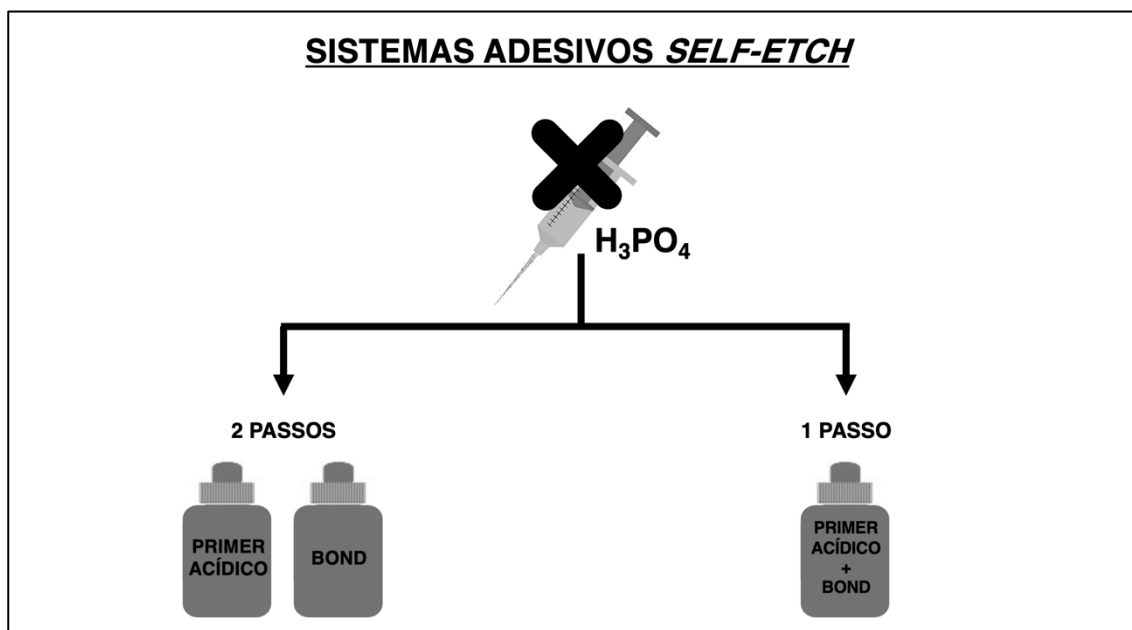


Figura 2 - Classificação dos sistemas adesivos *self-etch*

O comportamento dos *self-etch* depende de fatores como o pH, a composição e a interação química providenciada por alguns dos monómeros funcionais contidos no adesivo, sendo o 10-MDP o monómero mais estável. Este alia o condicionamento moderado (que conduz à microretenção mecânica da superfície) com a ligação química ao cálcio, contribuindo para a estabilidade da interface adesiva (Van Meerbeek et al., 2011; Yoshida et al., 2012; Yoshihara et al., 2018).

Mediante o seu pH, os *self-etch* são classificados em: *ultra-mild* (pH > 2,5); *mild* (pH $\cong$ 2); *intermediately strong* (pH entre 1 e 2) e *strong* (pH $\leq$ 1) (De Munck et al., 2005; Van Meerbeek et al., 2011).

Comparativamente ao esmalte, os adesivos *strong self-etch* revelam um potencial adesivo mais fraco na dentina, na qual os adesivos *mild self-etch* são a primeira opção, já que a desmineralização efetuada promove uma boa retenção micromecânica ao mesmo tempo que possibilita uma ligação química estável com o cálcio, independentemente da estratégia adesiva utilizada. (Cuevas-Suárez et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2011; Van Meerbeek et al., 2020).

Em relação aos *intermediately strong self-etch*, estes não só mantêm o potencial de adesão química à dentina, como também melhoram a adesão ao esmalte (Van Meerbeek et al., 2020).

Ultimamente, a utilização destes sistemas adesivos tem sido cada vez mais comum, especialmente, dos *mild self-etch*. Estes desmineralizam a dentina superficialmente, mantendo a hidroxiapatite residual aderida ao colagénio. Ainda assim, são criadas porosidades suficientes que facilitam a difusão do adesivo num curto tempo de aplicação (Van Meerbeek et al., 2020). Atualmente, a adesão à estrutura dentinária é obtida dissolvendo parcialmente a superfície da dentina, o que irá promover uma apropriada retenção micromecânica, assim como uma forte proteção da matriz de colagénio à degradação enzimática (De Munck et al., 2010).

3.3. Sistemas adesivos universais

Em busca de sistemas adesivos mais simples e menos sensíveis à técnica, chegam os sistemas adesivos universais ou multimodo, que possibilitam ao médico dentista escolher a estratégia de adesão adequada a cada situação – *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching* (Figura 3). Os sistemas adesivos universais são similares aos sistemas adesivos *self-etch* de 1 passo, nomeadamente, na sua composição e respetivo procedimento adesivo. Adicionalmente, estes sistemas adesivos são bastante versáteis e, por isso, são utilizados tanto na adesão a restaurações diretas como a restaurações indiretas (Nagarkar et al., 2019).

A *performance* destes sistemas adesivos depende não só do pH da solução como também do substrato dentário aderido. No esmalte, é recomendada a técnica de *selective enamel etching* antes da aplicação do sistema adesivo universal, de modo a conseguir uma boa resistência adesiva. Na dentina, alguns autores defendem que só deve ser aplicado o sistema adesivo universal, visto que o ataque ácido remove a hidroxiapatite, fundamental para a interação química (Cuevas-Suárez et al., 2019).

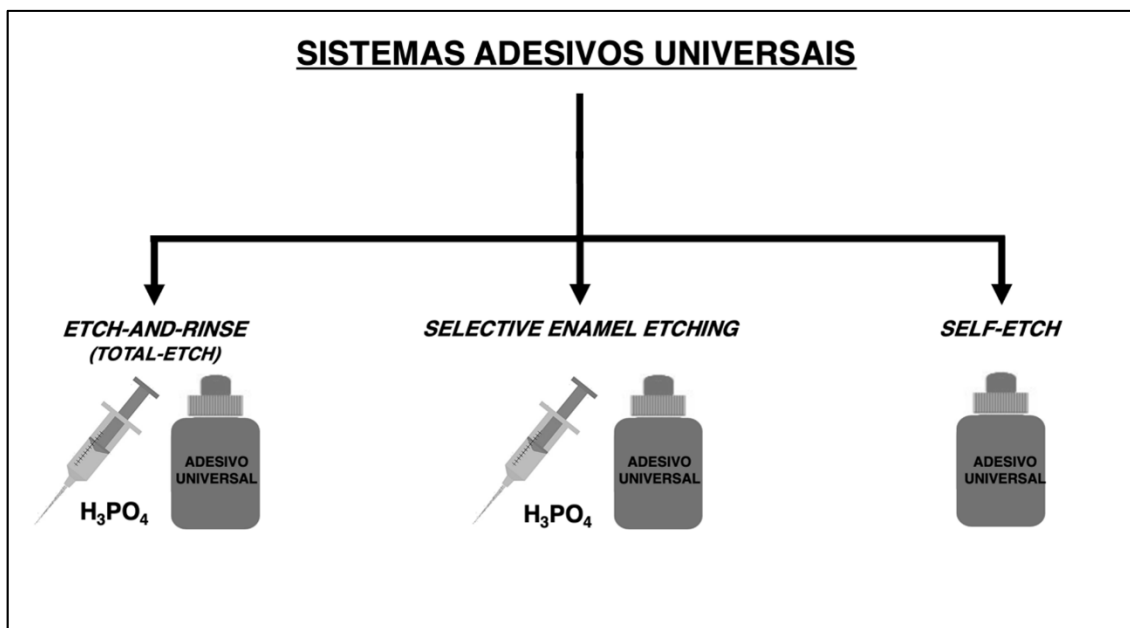


Figura 3 - Classificação dos sistemas adesivos universais

3.3.1. Composição dos sistemas adesivos universais

Os sistemas adesivos universais têm na sua formulação água e monómeros acídicos funcionais, que estabelecem uma ligação química com a hidroxiapatite, beneficiando a durabilidade da interface adesiva no tecido dentinário (Cuevas-Suárez et al., 2019).

Estes adesivos possuem características hidrofílicas, capazes de interagir com o substrato dentinário. Além disso, devem ser hidrofóbicos, a fim de retardar o processo de absorção de água e, como consequência, a hidrólise e degradação da interface adesiva (Feitosa et al., 2014; Van Landuyt et al., 2007).

O 10-MDP é um monômero funcional anfipático, constituído por um grupo terminal fosfato hidrofílico, que interage quimicamente com o cálcio da hidroxiapatite; e por um grupo terminal metacrilato hidrofóbico, que forma ligações químicas com materiais de restauração contendo metacrilato (Alex, 2015).

Para além disto, é um dos monómeros funcionais mais hidrofóbicos, logo, não absorve tanta água, conferindo ao adesivo uma maior resistência face à degradação hidrolítica (Alex, 2015).

O hidroxietil metacrilato (HEMA) ajuda a prevenir a separação entre compostos hidrofílicos e hidrofóbicos, contudo, quando presente em grandes quantidades, absorve a água da dentina subjacente, tornando a interface adesiva propensa à hidrólise (Van Landuyt et al., 2005; Yoshida et al., 2012).

Também os monómeros de reticulação encontram-se na composição destes sistemas adesivos. O bisfenol A-glicidil metacrilato (Bis-GMA), o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA) e o uretano-dimetacrilato (UDMA) são os mais comuns (Sideridou et al., 2002).

O Bis-GMA foi introduzido por Bowen, com o intuito de diminuir as falhas na contração da polimerização e formar polímeros com ligações cruzadas, aumentando assim a resistência mecânica. No entanto, este monómero apresenta uma elevada viscosidade e, por isso, a sua taxa de conversão é altamente reduzida (Yin et al., 2016).

Posto isto, este monómero é usado em conjunto com o TEGDMA que atua como diluente, a fim de compensar a rigidez do Bis-GMA (Sideridou & Karabela, 2011; Yadav & Kumar, 2019).

Recentemente, a incorporação do Bis-GMA e dos seus derivados nos materiais dentários tem vindo a ser questionada, uma vez que estes apresentam na sua composição o Bisfenol A (BPA). Este composto está associado à desregulação do sistema endócrino, ao aparecimento de anomalias reprodutivas masculinas e ao comprometimento da espermatogénese (Chianese et al., 2018; Jun et al., 2020; Luo et al., 2019).

Assim, tendo em conta a elevada viscosidade, a baixa taxa de conversão, a absorção de água e a libertação de BPA, têm vindo a ser desenvolvidos materiais restauradores sem Bis-GMA (Yu et al., 2014).

O UDMA é um monómero que tem sido estudado para substituir o Bis-GMA. Ao contrário deste último, o UDMA possui uma baixa viscosidade e uma alta flexibilidade a nível da sua ligação estrutural. É certo que este monómero usufrui de algumas vantagens, todavia, os materiais restauradores que contêm UDMA na sua composição sofrem de uma elevada contração volumétrica, o que pode levar à formação de *gaps* e, consequentemente, ao aparecimento de lesões de cárie secundária (Floyd & Dickens, 2006; Papakonstantinou et al., 2013; Yadav & Kumar, 2019).

Por fim, o silano é incorporado em muitos sistemas adesivos universais, impedindo que estes tenham um pH abaixo de 2,5. Logo, os adesivos universais são maioritariamente classificados como adesivos *ultra-mild*, sendo considerados por alguns autores menos eficazes, já que apresentam menor capacidade de desmineralização (Van Meerbeek et al., 2020).

4. Degradação da interface adesiva

Embora os sistemas adesivos tenham evoluído, a heterogeneidade do substrato dentinário e a presença natural de humidade neste tecido dificultam o procedimento adesivo (Kaczor et al., 2018, Zhou et al., 2019).

Estudos recentes mostram que a adesão à superfície dentinária nem sempre é estável a longo prazo, uma vez que a degradação da camada híbrida se inicia logo nas 24 horas após a aplicação do sistema adesivo (com efeitos mais notórios a partir dos 6 meses) (Pashley et al., 2011).

A formação da camada híbrida dá-se a partir da desmineralização da dentina e consequente exposição da matriz de colagénio, após o condicionamento ácido. Contudo, se a desmineralização da dentina for demasiado profunda, as fibras de colagénio expostas pelo condicionamento ácido, tendem a sofrer uma hidrólise pela penetração de fluídos dentinários, aumentando as chances de degradação da interface adesiva (Breschi et al., 2018).

Por outro lado, os solventes orgânicos (etanol ou acetona) promovem a desidratação química da dentina desmineralizada, possibilitando a impregnação dos monómeros de resina nos espaços interfibrilares previamente preenchidos por água. Desta forma, os compostos residuais (água) podem permanecer no interior da dentina desmineralizada, comprometendo o grau de conversão dos monómeros e, assim, tornar a camada híbrida mais permeável. Os monómeros hidrofílicos que não polimerizam têm a capacidade de atrair a água que vem da polpa, o que favorece a formação de canais de água na camada híbrida. A este processo dá-se o nome de nanoinfiltração (Chimeli et al., 2014; Luque-Martinez et al., 2014; Yiu et al., 2005).

Por último, com a presença de um meio ácido e aquoso e a exposição das fibras de colagénio, as metaloproteinases (MMPs), que se encontram retidas na matriz endógena do colagénio na sua forma inativa, podem sofrer estímulos físicos e químicos, conduzindo à degradação dos componentes da matriz extracelular (Betancourt et al., 2019; De Moraes et al., 2020; Pashley et al., 2004; Pashley et al., 2011).

Ultimamente têm vindo a ser desenvolvidas inúmeras estratégias no combate à degradação enzimática e hidrolítica da interface adesiva que passam por alterar o modo de aplicação dos adesivos, com a aplicação de uma ou mais camadas de resina adesiva hidrofóbica, esfregação do adesivo quando aplicado na dentina para aumentar a sua impregnação na matriz de colagénio, prolongamento do tempo de polimerização do adesivo, aumento do tempo de evaporação dos solventes para que os compostos residuais (água, etanol ou acetona) não fiquem retidos na camada híbrida e utilização da técnica “*etanol wet bonding*”; biomodificar a dentina; e, finalmente, desenvolver inibidores enzimáticos, nomeadamente, de MMPs; reformular a composição dos adesivos com a introdução de monómeros que visem melhorar as propriedades físico-químicas e mecânicas dos diversos materiais (Ahmed et al., 2019; Betancourt et al., 2019; Cadenaro et al., 2009; Moritake et al., 2018; Sadek et al., 2010; Saikaew et al., 2019).

5. Novos adesivos experimentais

A introdução de macrómeros dendríticos como possíveis substitutos dos monómeros lineares tradicionalmente utilizados nos sistemas adesivos surge na tentativa de melhorar as propriedades físico-químicas e mecânicas destes materiais restauradores (Viljanen et al., 2007).

Um deles é o dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato (G-IEMA), que é visto como um possível substituto do Bis-GMA, uma vez que possui oito extremidades de metacrilato, que lhe dão uma organização tridimensional (Figura 4). Posto isto, a polimerização deste dendrímero pode ocorrer em várias zonas, logo, vão ser alcançadas elevadas taxas de conversão, podendo contribuir para uma melhoria das propriedades mecânicas do sistema adesivo (Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

Para além disso, a estrutura dendrítica do G-IEMA poderá contribuir para uma melhor adesão à dentina, pois mais facilmente os espaços entre as fibras de colagénio são preenchidos, criando uma camada híbrida mais resistente à hidrólise, reforçada pelos *resin tags* com ramificações laterais (Vasconcelos e Cruz et al., 2019; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

Alguns autores referem que resinas confeccionadas com G-IEMA são mais eficazes do que resinas confeccionadas com Bis-GMA, pois apresentam uma maior taxa de conversão do monómero, uma baixa contração volumétrica, assim como uma redução da absorção de água e solubilidade (Yu et al., 2014; Yu et al., 2015).

Atualmente, não existe evidência científica suficiente no que toca à incorporação do G-IEMA nos materiais dentários, principalmente, nos sistemas adesivos. Posto isto, Vasconcelos e Cruz et al., (2019) criaram um sistema adesivo universal com G-IEMA, que, de acordo com os resultados publicados, tem vindo a revelar-se um bom substituto do Bis-GMA. O estudo constatou que a substituição do Bis-GMA pelo G-IEMA apresentava boas propriedades físico-químicas relativamente ao grau de conversão do monómero, contração de polimerização, absorção de água e solubilidade. Contudo, os autores referem que o pH deste sistema adesivo necessita de ser reduzido a fim de se tornar um adesivo *mild*. Além disso, esta formulação permitiu ainda retirar o Bisfenol A da composição do adesivo, através da remoção do Bis-GMA, podendo possivelmente traduzir-se num material mais biocompatível e menos citotóxico.

Apesar dos resultados publicados sobre a resistência adesiva deste adesivo experimental após 24h, sabe-se que os verdadeiros efeitos da sua eficácia adesiva devem ser avaliados após um período de envelhecimento, sendo este o interesse deste estudo.

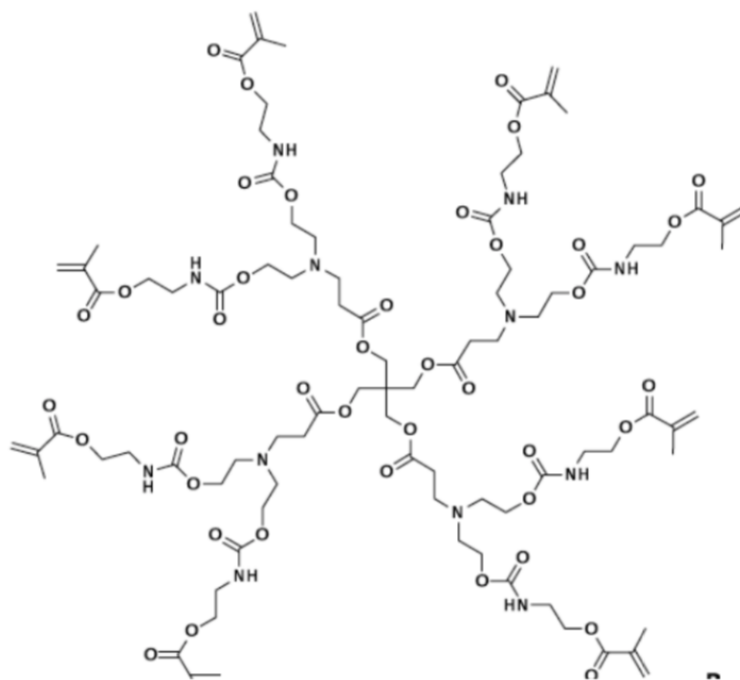


Figura 4 - Estrutura química do G-IEMA (adaptado de Vasconcelos e Cruz et al., (2019))

6. Envelhecimento das amostras

As variações de temperatura da cavidade oral podem alterar as propriedades mecânicas dos materiais restauradores, logo, é necessário avaliar o efeito das condições intraorais dos mesmos (Ayatollahi et al., 2015).

Os modelos *in vitro* são importantes na compreensão dos processos inerentes à degradação da interface adesiva. Assim, é possível simular o envelhecimento das amostras e, desta forma, prever o comportamento das restaurações em boca (Souza et al., 2015).

Um dos métodos de envelhecimento *in vitro* mais utilizado é a termociclagem. Estudos recentes indicam que 10 000 ciclos na termocicladora correspondem a 1 ano *in vivo* na cavidade oral (Amaral et al., 2007).

7. Testes de avaliação da resistência adesiva

A evolução dos sistemas adesivos está dependente de estudos *in vitro* que permitam obter dados fiáveis para a confeção de novos materiais (Van Meerbeek et al., 2010).

A resistência adesiva pode ser estudada através de macro ou micro-testes, consoante o tamanho da área aderida. Os macro-testes são usados em áreas adesivas iguais ou superiores a 3 mm². Os micro-testes são usados em áreas iguais ou inferiores a 1 mm². Em ambos os testes podem ser geradas forças de cisalhamento, *push-out* e tração (Sirisha et al., 2014; Van Meerbeek et al., 2010).

7.1. Norma ISO/TS 11405:2015

A norma ISO/TS 11405:2015 reúne as orientações necessárias à realização dos testes de adesão à estrutura dentária no que respeita à seleção, armazenamento e manipulação do substrato dentário, garantindo um padrão de qualidade e fiabilidade.

7.2. Teste de microtração

Foi em 1994 que Sano et al., introduziram o teste de microtração. Este é considerado o melhor teste para medir a retenção de uma restauração a resina composta (Armstrong et al., 2017; Sano et al., 2020).

Existem várias vantagens associadas ao uso deste teste: maior conservação de dentes - várias amostras são obtidas a partir do mesmo dente; a medição de valores superiores de resistência adesiva; o cálculo da média e do desvio-padrão da resistência de união de um material a um único dente; a avaliação de superfícies pequenas e irregulares; entre outras (Sano et al., 2020).

Porém, o tempo de trabalho e a dificuldade técnica são algumas das desvantagens desta técnica. Para além disso, os materiais ou regiões que apresentam baixas resistências de adesão (5 MPa) falham durante o corte. Sendo assim, as amostras devem ser

hidratadas, de forma a evitar possíveis efeitos colaterais (Armstrong et al., 2017; Van Meerbeek et al., 2010).

Embora a utilização de amostras mais pequenas previna a ocorrência de falhas, não elimina os desafios que os dentes apresentam, em particular a sua heterogeneidade estrutural. A resistência adesiva é influenciada não só pelas propriedades físicas e químicas da interface adesiva, como também pela preparação da amostra, o seu polimento e o método de força aplicado (Armstrong et al., 2017).

8. Enquadramento do estudo

Os sistemas adesivos universais surgiram na tentativa de simplificar os procedimentos adesivos, no entanto, ainda apresentam algumas limitações que se prendem essencialmente com a degradação da camada híbrida que ocorre ao longo do tempo e que tem como principal consequência o aparecimento de cárie secundária, comprometendo assim o sucesso das restaurações (Delbons et al., 2015; Ting et al., 2015).

Outra das grandes preocupações nos dias de hoje está relacionada com a segurança e biocompatibilidade deste tipo de materiais (Anusavice et al., 2013).

Grande parte dos sistemas adesivos universais apresenta na sua composição o Bis-GMA. A elevada viscosidade e tamanho deste monómero torna difícil a sua difusão no tecido dentinário. Além disso, o Bis-GMA sendo uma molécula linear poderá também contribuir para uma maior contração de polimerização levando ao deslaminamento e/ou infiltração da própria restauração. Por último, este composto tão utilizado contém Bisfenol A (BPA), o que poderá pôr em causa a biocompatibilidade dos materiais restauradores (Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

Recentemente, foram introduzidos macrómeros dendríticos nos materiais dentários. Um deles foi o G-IEMA, cuja síntese se encontra descrita na literatura (Yu et al., 2015). A utilização do G-IEMA na composição de adesivos dentários foi desenvolvida por Vasconcelos e Cruz et al., (2019) no IUEM, encontrando-se neste momento protegida por uma patente (Vasconcelos e Cruz et al., 2021). Nos últimos anos, o adesivo experimental tem vindo a ser estudado, evidenciando nos resultados obtidos

uma mais valia a substituição do Bis-GMA por G-IEMA podendo contribuir para colmatar as desvantagens anteriormente mencionadas.

Esta investigação laboratorial surge então da necessidade de avaliar a resistência adesiva à dentina após termociclagem deste sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA.

II. OBJETIVO

O objetivo deste estudo é avaliar a resistência adesiva à dentina, por microtração (μ TBS), de um sistema adesivo universal experimental com um novo dendrímero, G-IEMA, utilizando uma estratégia adesiva *Etch-and-Rinse* (ER), após termociclagem.

1. Hipóteses de estudo

Hipótese nula:

Não existem diferenças significativas na resistência adesiva à dentina após 10 000 ciclos de termociclagem quando utilizado um sistema adesivo universal com G-IEMA, na vertente *Etch-and-Rinse*;

Hipótese alternativa:

Existem diferenças significativas na resistência adesiva à dentina após 10 000 ciclos de termociclagem quando utilizando um sistema adesivo universal com G-IEMA, na vertente *Etch-and-Rinse*.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

1. Amostra de estudo

O presente estudo obteve aprovação pela Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz (IUEM) (Anexo I).

A amostra foi recolhida do Banco de Dentes Humanos (BHD) da Clínica Dentária Egas Moniz (CDEM). O trabalho laboratorial foi realizado no Laboratório de Biomateriais do IUEM (Anexo II).

Foram utilizados vinte molares humanos hígidos, sem qualquer lesão cariosa, restauração ou tratamento endodôntico, extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos e, conservados por um período não superior a seis meses, tal como indicado na norma ISO/TS 11405:2015. Seguindo esta norma, após a exodontia, os dentes (Figura 5) foram lavados em água corrente e o tecido orgânico aderido foi removido com uma cureta de *gracey* e uma escova profilática com uma pasta abrasiva. Os dentes foram posteriormente desinfetados numa solução de cloramina-T trihidratada a 1% por um período máximo de uma semana e armazenados numa solução de água destilada a 4°C. O meio de armazenamento foi substituído semanalmente, com a intenção de minimizar a deterioração dos dentes até ao início do procedimento laboratorial (Armstrong et al., 2017).



Figura 5 - Exemplo da amostra recolhida

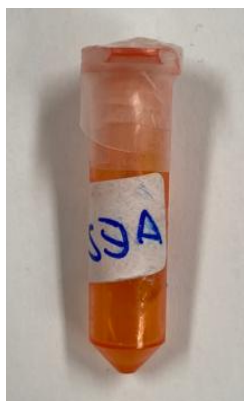
2. Materiais

Foram utilizados dois sistemas adesivos universais comerciais, o Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) e o Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany), e dois sistemas adesivos universais experimentais previamente

formulados, um com Bis-GMA (EM1) e outro sem Bis-GMA (EM2). Estes últimos foram formulados no IUEM. A resina composta utilizada foi a Maxima® Natural Elegance (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany) na cor A2/B2. Na tabela 1 consta a composição dos materiais dentários utilizados.

Tabela 1 - Composição dos materiais dentários utilizados

Material/Fabricante	Composição	Lote/Validade	pH	Imagem
Scotchbond™ Etchant (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	Ácido ortofosfórico a 35%; água; óxido de alumínio; polietienoglicol; sílica amorfa sintética	NC56097 22/01/2023	<1	
SBU - Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	10-MDP; HEMA; Bis-GMA; etanol; TEGDMA; copolímero Vitrebond™; resinas dimetacrilato; partículas de preenchimento; água; iniciadores; silano	10421A 15/03/2023	2,95	
FUT - Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)	HEMA; Bis-GMA; UDMA; etanol; catalisador; monômero ácido adesivo	2118141 28/03/2024	1,9	

EM1 - Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; água; etanol; CQ	Não aplicável	2,28	
EM2 - Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA	10-MDP; G-IEMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; água; etanol; CQ	Não aplicável	4,49	
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	—	
10-MDP: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato; Bis-GMA: bisfenol A-glicidil metacrilato. CQ: canforoquinona; G-IEMA: dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato; HEMA: hidroxietil metacrilato; UDMA: uretano-dimetacrilato; TEGDMA: dimetacrilato de trietilenoglicol				

3. Preparação da amostra

As amostras foram fixadas numa base acrílica com cera colante e seccionadas no micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 6).



Figura 6 - 1- Dente fixo à base acrílica com cera colante; **2-** Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark)

Foram efetuados 2 cortes perpendiculares sobre o longo eixo do dente: um abaixo da junção amelo-cimentária (JAC), com o intuito de separar a coroa da raiz, e outro na zona do esmalte a fim de retirar a camada de esmalte e expor a dentina superficial.

Após a remoção do tecido pulpar com uma colher de dentina, o espaço anteriormente ocupado pela polpa foi preenchido com cola de cianoacrilato (Wurth, Sintra, Portugal) (Figura 7).

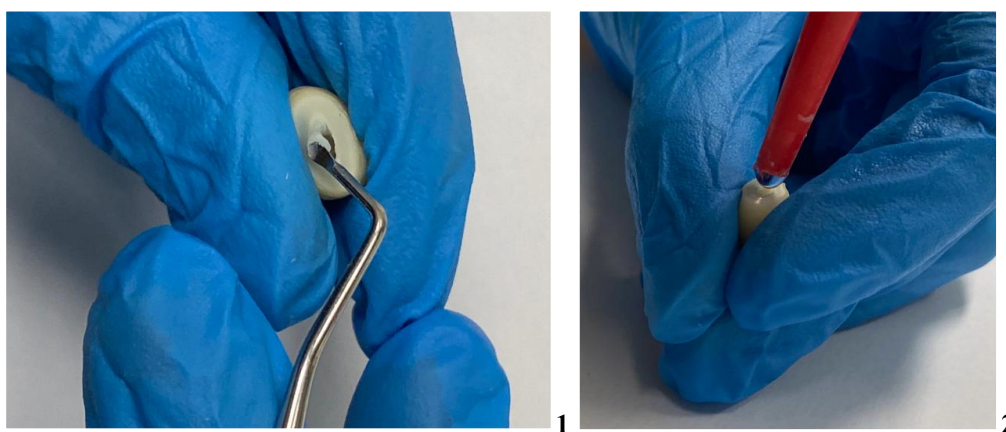


Figura 7 - 1- Remoção da polpa; **2-** Selamento da câmara pulpar

Com o propósito de simular o *smear layer*, foi feito o polimento da dentina superficial das amostras já seccionadas utilizando papel abrasivo de carbeto de silício (SiC) de 600 grit (Armstrong et al., 2017), sob água corrente, numa máquina polidora, durante 60 segundos (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 8).

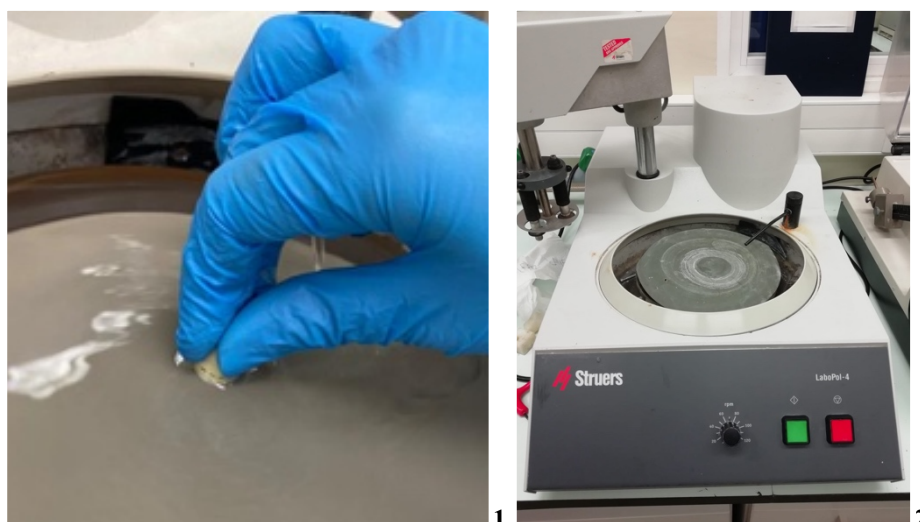


Figura 8 - 1- Simulação do *smear layer* na dentina; **2-** Máquina Polidora (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark)

Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em quatro grupos de cinco dentes cada um (n=5), conforme o sistema adesivo utilizado:

Grupo 1: Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) - SBU;

Grupo 2: Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany) - FUT;

Grupo 3: Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA - EM1;

Grupo 4: Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA - EM2.

Antes da aplicação do sistema adesivo selecionado para cada grupo, condicionou-se a superfície dentária com ácido ortofosfórico a 35%, durante 15 segundos; depois a respetiva lavagem e posterior secagem, sem desidratar. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante descritas na tabela 2. Depois, foram aplicados incrementos de resina composta nanohíbrida Natural Elegance cor A2/B2 (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany) de 2 mm fotopolimerizados durante 20 segundos até se atingir uma altura de 6 mm (Tabela 2). A preparação da amostra está ilustrada na figura 9.

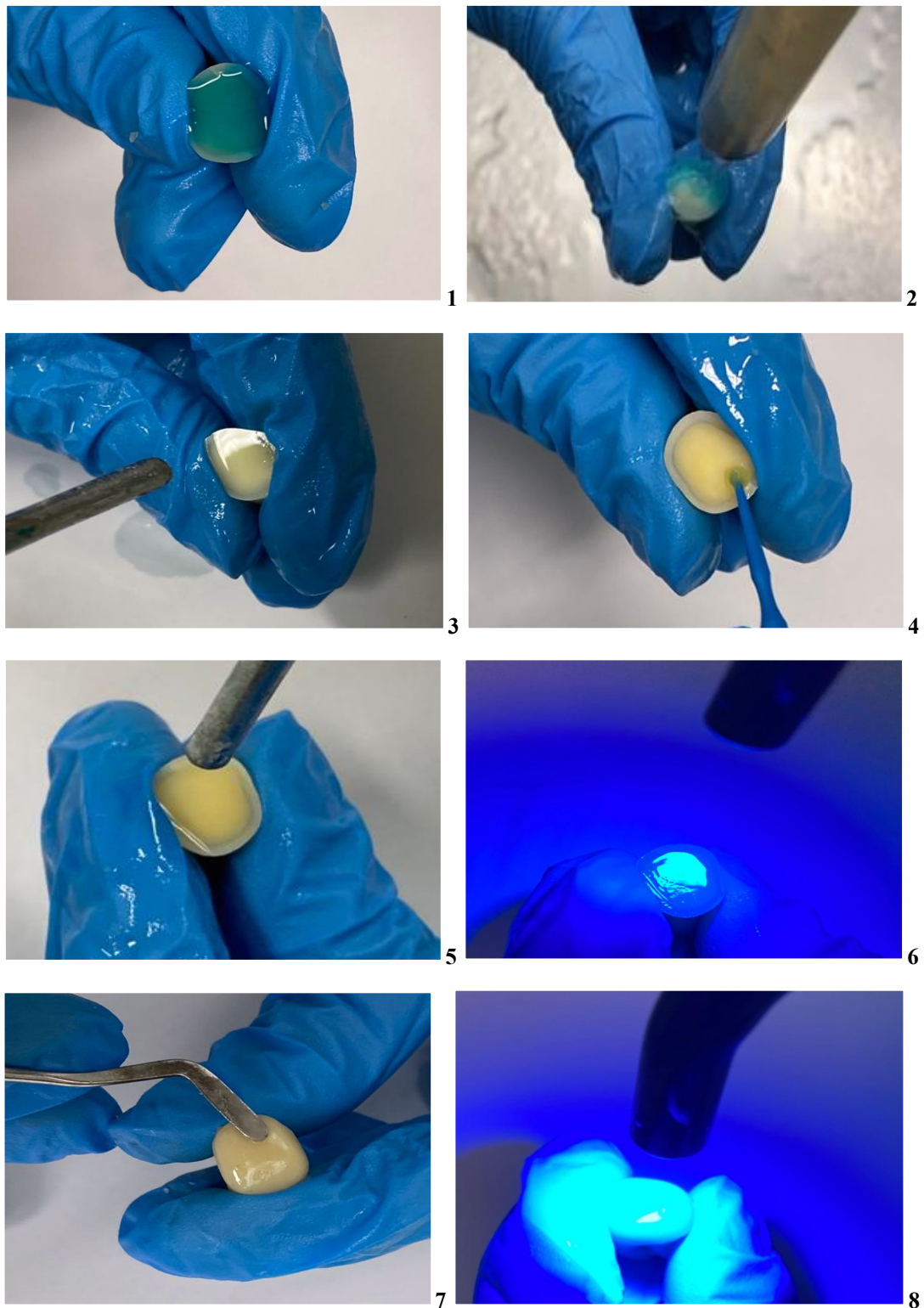


Figura 9 - Protocolo de preparação dos diferentes grupos: **1-** Aplicação do ácido ortofosfórico; **2-** Lavagem da superfície dentinária; **3-** Secagem da superfície dentinária; **4-** Aplicação do sistema adesivo; **5-** Secagem com leve jato de ar; **6-** Fotopolimerização do adesivo; **7-** Aplicação da resina composta; **8-** Fotopolimerização da resina composta

Tabela 2 - Instruções do fabricante para a aplicação dos materiais dentários utilizados

Material	Instruções do fabricante
SBU - Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	1 – Aplicar o ácido (15 segundos), seguido de lavagem e respetiva secagem; 2 – Colocar o adesivo na superfície dentária e esfregar (20 segundos); 3 – Secar o adesivo (5 segundos) para evaporar o solvente; 4 – Fotopolimerizar (10 segundos).
FUT - Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)	1 – Aplicar o ácido (15 segundos), seguido de lavagem e respetiva secagem; 2 – Colocar o adesivo na superfície dentária e esfregar (20 segundos); 3 – Secar o adesivo (5 segundos) para evaporar o solvente; 4 - Fotopolimerizar (10 segundos).
EM1 - Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA	1 – Aplicar o ácido (15 segundos), seguido de lavagem e respetiva secagem; 2 – Colocar o adesivo na superfície dentária e esfregar (20 segundos); 3 – Secar o adesivo (5 segundos) para evaporar o solvente; 4 – Fotopolimerizar (60 segundos).
EM2 - Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA	1 – Aplicar o ácido (15 segundos), seguido de lavagem e respetiva secagem; 2 – Colocar o adesivo na superfície dentária e esfregar (20 segundos); 3 – Secar o adesivo (5 segundos) para evaporar o solvente; 4 – Fotopolimerizar (60 segundos).
Resina Maxima® Natural Elegance Cor A2/B2 (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany)	1 – Colocar a resina composta em incrementos até 2 mm; 2 – Fotopolimerizar (20 segundos).

O fotopolimerizador utilizado foi o COXO DB 686 (Foshan COXO Medical Instrument Co. Ltd) (Figura 10) com uma intensidade de 600 mW/cm², sendo esta verificada a cada 10 utilizações com o radiômetro Optilux Radiometer (SDS Kerr, Orange, USA).



Figura 10 - Fotopolimerizador COXO DB 686 (Foshan COXO Medical Instrument Co. Ltd)

4. Termociclagem

As amostras foram envelhecidas por termociclagem durante 10 000 ciclos em banhos de 30 segundos, a 5°C e 55°, com intervalos de 5 segundos entre cada um, em água destilada, perfazendo um total de 10 dias (Armstrong et al., 2017). A termocicladora utilizada foi a THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany) (Figura 11).

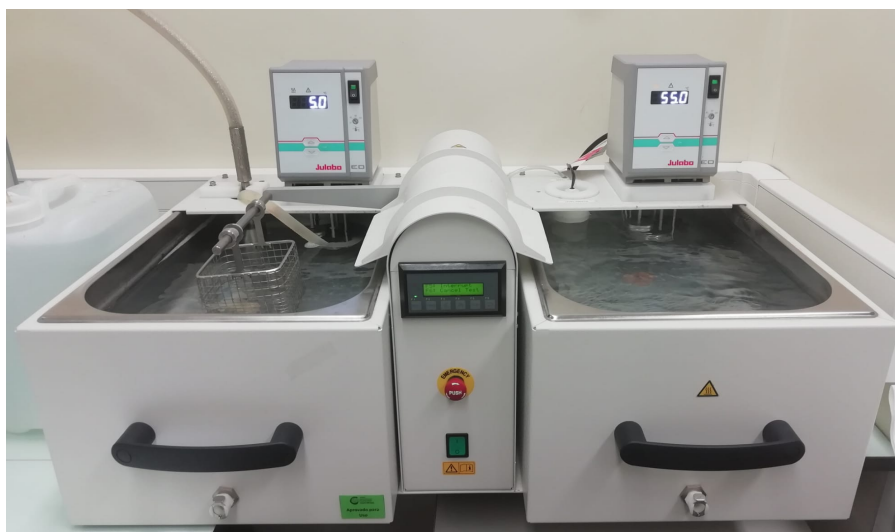


Figura 11 - Termocicladora THE1100/1200 (SD Mechatronik GmbH, Feldkirchen-Westerham, Germany)

5. Teste de microtração

As amostras foram seccionadas longitudinalmente nos sentidos mesio-distal e vestibulo-lingual, a baixa rotação (0,125 mm/min), no micrótomato de tecidos duros (Accutom-50 Struers A/S, Ballerup, Denmark), de maneira a obter palitos com uma secção transversal de $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$. Os palitos mais periféricos, que dizem respeito ao esmalte, foram descartados. As falhas pré-teste foram contabilizadas e igualmente descartadas.

Os palitos obtidos foram aderidos com cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) a um *jig* do tipo *Geraldeli*, de aço inoxidável, deixando a interface adesiva livre de cola. O *jig* foi disposto numa máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 12) e submetido a forças de tração (kN) a uma velocidade de 0,5 mm/min até que os palitos fraturassem. As falhas pré-teste foram descartadas.

De seguida, as medições dos palitos foram feitas nos sentidos X e Y, recorrendo a uma craveira digital, para o cálculo da área da interface adesiva. No decorrer das medições, os palitos foram colocados em compressas humedecidas com água destilada, evitando a sua desidratação (Armstrong et al., 2017).



Figura 12 - Máquina de testes universal

Os vários tipos de fratura (Tabela 3) foram observados com uma lupa esterioscópica e, de acordo com Armstrong et al. (2017), classificados em:

- Fratura adesiva – fratura na interface adesiva;
- Fratura coesiva de dentina – fratura apenas na dentina;
- Fratura coesiva de resina - fratura apenas na resina;
- Fratura mista – fratura ao nível da interface adesiva e no dente ou resina composta.

Tabela 3 - Esquema representativo dos diferentes tipos de falha (D - Dentina; R - Resina)

Tipo de fratura	Imagem Ilustrativa
Adesiva Ocorre na interface adesiva	
Coesiva da dentina Ocorre apenas na dentina	
Coesiva da resina Ocorre apenas na resina	
Mista Ocorre ao nível da interface adesiva e no dente ou resina composta	

A resistência adesiva à dentina (μ TBS) foi calculada em MPa, através do quociente da força aplicada no momento da fratura pela área da superfície aderida, em N/mm^2 , tendo sido consideradas para o cálculo apenas as fraturas adesivas.

6. Análise estatística

A análise estatística foi efetuada no programa *Statistical Package for the Social Sciences* (SPSS) (Versão 27, Armonk, NY: IBM Corp), mediante um modelo linear misto. O nível de significância foi de 5%. Registaram-se todas as falhas, contudo, para a análise estatística apenas foram contabilizadas as falhas adesivas. Para cada um dos grupos foram calculadas as médias e desvios-padrão dos valores de resistência adesiva (Armstrong et al., 2017).

IV. RESULTADOS

Foi avaliada a resistência adesiva (em MPa) dos quatro sistemas adesivos utilizados neste estudo [(1) SBU - Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); (2) FUT - Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany); (3) EM1 - Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA; (4) EM2 - Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA].

A medição sistemática de uma variável - a resistência adesiva à microtração (μ TBS) - em diferentes unidades de observação (palitos) que provêm da mesma unidade experimental (dente), introduz potenciais correlações não nulas, assim como heterogeneidade de variâncias, cujos efeitos devem ser verificados na análise de dados. Para tal, o controlo foi efetuado mediante ajuste de um modelo linear misto (MM) associado a um fator independente (sistema adesivo).

A representação gráfica dos valores da resistência adesiva, considerando um máximo de 10 palitos por dente, sugere uma matriz de covariância homogênea (Figura 13).

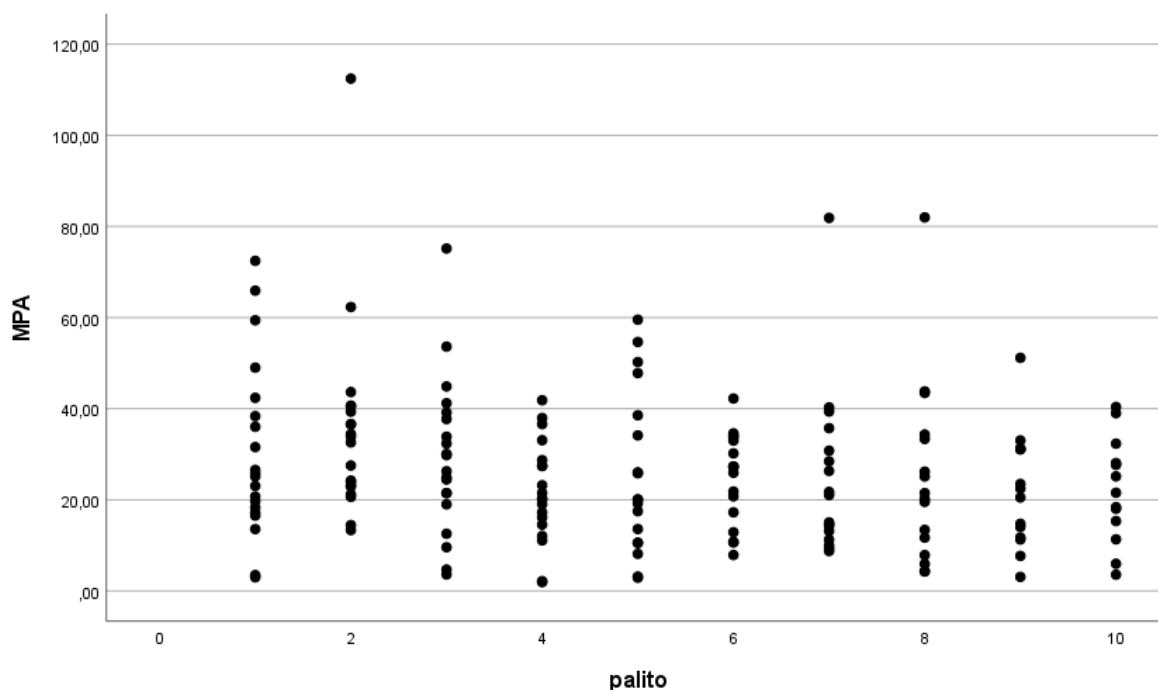


Figura 13 - Gráfico de dispersão dos valores de resistência adesiva nos 4 sistemas adesivos utilizados, considerando um máximo de 10 palitos por dente

Na seleção da melhor estrutura de covariância foram consideradas diferentes matrizes e comparou-se a qualidade do ajustamento obtido com as várias matrizes, utilizando os critérios de informação de Bozdogan (CAIC), Bayesiano de Schwarz (BIC), Hurvich e Tsai (AICC) e Akaike (AIC) (tabela 4).

Após a análise dos vários critérios de informação (tabela 4) e considerando várias estruturas de covariâncias homogêneas, verificou-se que a melhor qualidade de ajustamento do modelo é obtida com uma estrutura de covariância de simetria composta, a qual traduz a existência de variâncias homogêneas e correlações também homogêneas.

Tabela 4 - Critérios de informação para as estruturas de covariância homogênea

Critérios de informação^a	
-2 Restricted Log Likelihood	1445,363
Akaike's Information Criterion (AIC)	1449,363
Hurvich and Tsai's Criterion (AICC)	1449,435
Bozdogan's Criterion (CAIC)	1457,635
Schwarz's Bayesian Criterion (BIC)	1455,635

a. Variável Dependente: MPa.

Nestas condições, os resultados que constam na tabela 5 mostram que, ao nível de significância de 5%, não se verificam diferenças significativas ($p = 0,817$) nos valores de resistência entre os 4 adesivos considerados.

Tabela 5 - Testes de efeito fixo tipo III

Type III Tests of Fixed Effects^a				
Source	Numerator df	Denominator df	F	Sig.
Intercept	1	14,800	168,058	,000
Adesivo	3	14,753	,312	,817

a. Dependent Variable: MPa.

Os valores que correspondem à média da resistência adesiva (MPa) e desvio-padrão estão representados na tabela 6.

Tabela 6 - Média e desvio-padrão (MPa) da μ TBS à dentina obtida em cada um dos grupos

Grupos	N	μ TBS (MPa)	
		Média	Desvio-Padrão
SBU	5	26,9	14,9
FUT	5	28,8	16,4
EM1	5	23,1	19,9
EM2	5	25	11,5

Os tipos de falha associados a cada um dos grupos estão quantificados na tabela 7, onde se verifica uma maior prevalência de falhas adesivas em todos os grupos.

Tabela 7 - Percentagem dos tipos de falha obtidos em cada grupo após o teste de μ TBS

	Tipos de falha			
	Adesiva	Coesiva de dentina	Coesiva de resina	Mista
SBU	52	7	16	24
FUT	54	12	29	4
EM1	85	0	4	10
EM2	57	7	16	21

V. DISCUSSÃO

Nos últimos anos, têm vindo a ser formulados sistemas adesivos universais, que permitem ao médico dentista escolher o protocolo adesivo mais adequado a cada situação, uma vez que podem ser empregues nas técnicas *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching* (Zecin-Deren et al., 2019).

Apesar dos sistemas adesivos terem evoluído bastante ao longo dos anos, a adesão à dentina continua a ser um desafio, sendo que a formação da camada híbrida é indispensável para o seu sucesso (Betancourt et al., 2019).

A instabilidade da interface adesiva está particularmente associada à composição química e modo de aplicação dos sistemas adesivos e à natureza e composição do substrato dentinário, tornando-a suscetível à degradação por processos enzimáticos e hidrolíticos (Breschi et al., 2018).

Por um lado, a infiltração incompleta do sistema adesivo na matriz de colagénio, que é exposta através do condicionamento ácido, ativa a degradação pelas metaloproteinases; por outro lado, a presença de água na interface adesiva constitui um veículo para a degradação hidrolítica de componentes da camada híbrida (Betancourt et al., 2019).

Posto isto, foram implementadas estratégias que visam a estabilização da camada híbrida como alterações na composição e no modo de aplicação dos adesivos, a fim de evitar a degradação enzimática provocada pelas MMPs (De Moraes et al., 2020). Além disso, foram desenvolvidos métodos que têm como finalidade promover a longevidade da interface adesiva, tais como: monómeros de reticulação; remineralização biomimética; técnica *etanol wet-bonding* (Van Meerbeek et al., 2020).

A incorporação do Bis-GMA nos materiais resinosos tem vindo a ser contestada, devido à sua elevada viscosidade e à presença do Bisfenol A (BPA) (Vasconcelos e Cruz et al., 2020). Apesar deste tema ser ainda bastante controverso, alguns autores têm vindo a provar que o BPA poderá libertar-se e causar graves problemas de saúde (Luo et al., 2019; Yadav & Kumar, 2019).

Assim, foi formulado um sistema adesivo universal experimental com o objetivo de melhorar as propriedades físico-químicas e mecânicas dos sistemas adesivos

universais pela introdução de um dendrímero (G-IEMA) em substituição do Bis-GMA. Esta estratégia permitiu simultaneamente remover o BPA da sua composição. Este sistema adesivo tem vindo a ser estudado e, ainda que os resultados obtidos sejam promissores, não se conhece o impacto da sua formulação a longo prazo (Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

O objetivo principal deste estudo foi avaliar a resistência adesiva à dentina de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA na vertente *etch-and-rinse*, quando sujeito a um período de envelhecimento.

O protocolo laboratorial deste estudo foi cumprido de acordo com a norma ISO/TS 11405:2015 e a norma de orientação laboratorial publicada pela *Academy of Dental Materials* (Armstrong et al., 2017).

O método de envelhecimento utilizado foi a termociclagem, pois este cria tensões de expansão e contração cíclicas ao longo da interface adesiva. A imersão em água quente também pode resultar na degradação química de componentes da resina que não tenha sido totalmente polimerizada, bem como estimular a decomposição das fibras de colagénio desprotegidas (Chen et al., 2015; Souza et al., 2015; Wagner et al., 2014). Sabe-se que a degradação da camada híbrida começa nas 24 horas após a colocação do material no dente, todavia, Pashley et al., (2011) defendem que os seus efeitos são mais notórios ao fim de seis meses. Assim, de forma a simular o envelhecimento num período correspondente a 1 ano, foram realizados 10 000 ciclos em banhos de 30 segundos, a 5° e 55°, com intervalos de 5 segundos entre cada um, em água destilada, perfazendo um total de dez dias (Amaral et al., 2007; Armstrong et al., 2017).

A avaliação da resistência adesiva foi efetuada com recurso a um teste de microtração. Como referido anteriormente, este permite avaliar a adesão em áreas reduzidas (iguais ou inferiores a 1 mm²) e em diferentes regiões dentárias, avaliando também a preparação cavitária em superfícies complexas. Desta forma, obtém-se várias amostras do mesmo dente sob a forma de “palitos” e, tendo em conta a reduzida dimensão, não há tanta possibilidade de surgirem defeitos na interface adesiva (Sano et al., 2020).

Para calcular a média da resistência adesiva, apenas as falhas adesivas foram incluídas na análise estatística. São elas que refletem a resistência da interface adesiva (Scherrer et al., 2010).

Embora alguns autores defendam que, na dentina, os sistemas adesivos universais apresentam um desempenho semelhante entre si, independentemente da estratégia adesiva aplicada (Yamauchi et al., 2019); outros referem que existem diferenças significativas quando aplicados com o protocolo *etch-and-rinse* (Leite et al., 2018).

Os resultados obtidos levam à aceitação da hipótese nula, pois não se verificaram diferenças estatisticamente significativas ($p = 0,817$) na resistência adesiva dos sistemas adesivos estudados após termociclagem quando aplicados segundo o protocolo *etch-and-rinse*.

Ainda que não existam diferenças significativas entre os grupos, os adesivos comerciais estudados (SBU e FUT) apresentaram uma média de μ TBS após envelhecimento superior aos experimentais (EM1 e EM2). Tratando-se de adesivos experimentais cuja formulação ainda se encontra em estudo, estes resultados correspondem ao esperado.

Porém, apesar dos adesivos comerciais terem apresentado uma maior resistência adesiva à dentina, os valores obtidos de μ TBS são ligeiramente divergentes dos publicados por Wagner et al., (2014) e Chen et al., (2015). A dimensão das amostras, o modo de aplicação, secagem e polimerização dos adesivos e a manipulação dos materiais restauradores são alguns dos fatores que podem influenciar os resultados obtidos. (Sadek et al., 2005).

No estudo de Wagner et al., (2014), foi avaliada a resistência adesiva à dentina (μ TBS), após termociclagem, de sistemas adesivos universais, incluindo o Scotchbond™ Universal, seguindo os protocolos adesivos *etch-and-rinse* e *self-etch*. Os resultados publicados também não encontraram diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva entre os adesivos estudados. Num estudo idêntico de Chen et al., 2015, também não se verificaram diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva entre os adesivos estudados.

Relativamente ao adesivo Futurabond® M+, não se encontram na literatura nenhuns resultados publicados em relação à eficácia adesiva após termociclagem. De qualquer forma, tratando-se de um adesivo *intermediately strong*, estes resultados não seriam expectáveis, uma vez que um adesivo com um pH de 1,9 e aplicado na técnica *etch-and-rinse* como adesivo universal, teria uma forte possibilidade de provocar um

over-etching da dentina, traduzindo-se numa diminuição da resistência adesiva ao fim de um período de envelhecimento (Van Meerbeek et al., 2011).

No estudo de Vasconcelos e Cruz et al., (2020), onde foi avaliada a resistência adesiva à dentina (μ TBS), após 24h, utilizando os mesmos sistemas adesivos experimentais e comerciais desta investigação (seguindo os protocolos *etch-and-rinse* e *self-etch*), também não foram encontradas diferenças estatisticamente significativas entre os diferentes sistemas adesivos independentemente do protocolo utilizado, evidenciando assim uma coerência entre os resultados.

Contudo, apesar de ainda não ter sido efetuada uma análise estatística dos resultados publicados às 24h e dos resultados obtidos após termociclagem e por esse motivo não se poder estabelecer nenhum tipo de comparação, é possível apenas constatar que o envelhecimento da interface adesiva produziu efeitos na diminuição da μ TBS em relação aos resultados ao imediato (Vasconcelos e Cruz et al., 2020). Esta redução é totalmente expectável, uma vez que o nível de acidez provocado pela técnica *etch-and-rinse* tem um impacto significativo na degradação da camada híbrida após um período de envelhecimento das amostras sujeitas a diferenças de temperatura e num ambiente aquoso (Wagner et al., 2014).

Outro aspeto que importa analisar nos resultados obtidos prende-se com a discrepância obtida nos valores de pH dos quatro adesivos estudados. O facto de não terem existido diferenças significativas entre os grupos permitem concluir que a aplicação prévia de ácido ortofosfórico em separado terá compensado os diferentes níveis de acidez dos adesivos igualando a eficácia adesiva entre os grupos. Como mencionado, o papel do ácido é remover o *smear layer*, aquando a desmineralização, responsável pela abertura dos túbulos dentinários e exposição da matriz de colagénio, onde serão incorporados os monómeros resinosos possibilitando assim a formação da interface adesiva composta pela formação da camada híbrida e dos *resin tags*, fundamentais para a adesão à dentina (Breschi et al., 2018). Neste contexto, a observação da interface adesiva com recurso à microscopia eletrónica de varrimento (MEV), por forma a observar a interação dos adesivos estudados com a dentina, poderia ser um complemento interessante na interpretação dos resultados obtidos (Nakabayashi et al., 1982).

Além do referido anteriormente, seria ainda relevante analisar e comparar estes resultados com os resultados deste adesivo experimental sem Bis-GMA quando aplicado com a estratégia *self-etch*. Desta forma, poder-se-á retirar conclusões relevantes relativamente ao valor do pH mais equilibrado para este tipo de adesivo. Se por um lado a acidez é necessária para a desmineralização, penetração do adesivo na estrutura dentinária e respetiva retenção micromecânica, por outro, sabe-se que o colagénio desprotegido pela ação do ácido e a camada híbrida formada estão sujeitos a processos de degradação enzimática e hidrolítica após um período de envelhecimento, como o simulado neste trabalho, que poderão ser prejudiciais à durabilidade da interface adesiva.

Finalmente, apesar do adesivo experimental com G-IEMA ainda se encontrar em estudo e desenvolvimento, há que ter em conta que os resultados obtidos até agora têm-se vindo a revelar promissores. A presença do G-IEMA na formulação de adesivos contendo uma estrutura ramificada com 8 pontas disponíveis para a polimerização parece contribuir para um aumento da taxa de conversão, contribuindo para uma maior retenção micromecânica. Adicionalmente, presume-se que a viscosidade do adesivo permite obter uma maior impregnação no substrato dentário, podendo possivelmente proteger a camada híbrida e o colagénio dos processos de degradação enzimáticos e hidrolíticos (Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

VI. CONCLUSÃO

Com a realização deste estudo, é possível concluir que:

- O sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA demonstrou uma μ TBS à dentina idêntica à de outros sistemas adesivos universais com Bis-GMA, após um período de envelhecimento por termociclagem correspondente a um ano clínico;
- Na formulação de sistemas adesivos universais, a substituição do Bis-GMA pelo G-IEMA parece apresentar diversas vantagens;
- Face à emergência de novos sistemas adesivos, a *performance* deste sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA deve continuar a ser estudada, a fim de melhorar as suas propriedades físico-químicas e mecânicas.

1. Relevância clínica

Atualmente, têm vindo a ser desenvolvidos materiais com melhores propriedades físico-químicas e mecânicas, na tentativa de aumentar a longevidade das restaurações, diminuindo o aparecimento de cárie secundária e, em simultâneo, aliar as questões de saúde inerentes ao formular materiais com compostos menos citotóxicos como é o caso do BPA. Assim, surge o sistema adesivo experimental testado neste estudo.

Mediante a análise dos estudos já publicados, sabe-se que os seus excelentes resultados demonstram um progresso na área dos materiais restauradores, o que incentiva ao estudo da resistência adesiva a longo prazo.

Com a realização deste estudo, e utilizando o método de envelhecimento por termociclagem, foi possível avaliar o impacto da degradação neste sistema adesivo experimental ao simular o seu comportamento em boca durante um ano aproximadamente.

2. Perspetivas futuras

Como existem poucos estudos publicados no que diz respeito à formulação de sistemas adesivos sem Bis-GMA, será interessante nas próximas investigações:

- Comparar estes resultados com os valores de μ TBS obtidos após a aplicação do adesivo com a técnica *self-etch*, utilizando o mesmo método de envelhecimento;
- Observar a interface adesiva ao MEV, após o mesmo período de envelhecimento utilizado neste estudo e após a aplicação das duas técnicas adesivas - *etch-and-rinse* e *self-etch*;
- Continuar a desenvolver a formulação do adesivo experimental sem Bis-GMA, de forma a otimizar o pH do adesivo;
- Estudar a citotoxicidade dos adesivos experimentais e em particular do G-IEMA;
- Estudar outros monómeros para serem introduzidos na formulação destes adesivos experimentais que possam vir a melhorar as propriedades físico-químicas e mecânicas a longo prazo.

VII. BIBLIOGRAFIA

- Ahmed, M. H., De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Yoshihara, K., & Van Meerbeek, B. (2019). Do Universal Adhesives Benefit from an Extra Bonding Layer? *Journal of Adhesive Dentistry*, 21(2), 117-132. [https://doi:10.3290/j.jad.a42304](https://doi.org/10.3290/j.jad.a42304)
- Alex, G. (2015). Universal adhesives: The next evolution in adhesive dentistry? *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 36(1), 15-26
- Amaral, F. L., Colucci, V., Palma-Dibb, R. G., & Corona, S. A. (2007). Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: a critical review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 19(6), 340-353
- Anusavice, K. J., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillips' science of dental materials* (12.^a ed.). Elsevier.
- 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>
- Ayatollahi, M. R., Yahya, M. Y., Karimzadeh, A., Nikkhooyifar, M., & Ayob, A. (2015). Effects of temperature change and beverage on mechanical and tribological properties of dental restorative composites. *Materials Science and Engineering C*, 54, 69–75. <https://doi.org/10.1016/j.msec.2015.05.004>
- Berkovitz, B. K., Holland, G. R., & Moxham, B. J. (2009). *Oral Anatomy, Histology and Embryology* (4.^a ed.). Mosby Elsevier.
- Betancourt, D. E., Baldion, P. A., & Castellanos, J. E. (2019). Resin-Dentin Bonding Interface: Mechanisms of Degradation and Strategies for Stabilization of the Hybrid Layer. *International Journal of Biomaterials*, 11. <https://doi.org/10.1155/2019/5268342>

- Breschi, L., Maravic, T., Cunha, S. R., Comba, A., Cadenaro, M., Tjäderhane, L., Pashley, D. H., Tay, F. R., & Mazzoni, A. (2018). Dentin bonding systems: From dentin collagen structure to bond preservation and clinical applications. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, 34(1), 78–96. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.11.005>
- 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>
- Buonocore, M. G., Matsui, A., & Gwinnett, A. J. (1968). Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. *Archives of Oral Biology*, 13(1), 61–70. [https://doi.org/10.1016/0003-9969\(68\)90037-X](https://doi.org/10.1016/0003-9969(68)90037-X)
- Cadenaro, M., Breschi, L., Rueggeberg, F. A., Agee, K., Di Lenarda, R., Carrilho, M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2009). Effect of adhesive hydrophilicity and curing time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, 25(1), 39–47. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2008.05.004>
- 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(1), 31–44. <https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x>
- Carvalho, R. M., Carrilho, M. R. O., Pereira, L. C. G., Garcia, F. C. P., Marquezini Jr., L., Silva, S. M. A., Kussmaul, A. P. M. (2004). Sistemas adesivos: fundamentos para aplicação clínica. *Bio Odonto – Publicações científicas*, 2(1), 6-86.
- Carvalho, R. M., Manso, A. P., Geraldeli, S., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2012). Durability of Bonds and Clinical Success of Adhesive Restorations. *Dental Materials*, 28(1), 72-86. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.09.011>
- 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>

- Chianese, R., Troisi, J., Richards, S., Scafuro, M., Fasano, S., Guida, M., Pierantoni, R., & Meccariello, R. (2018). Bisphenol A in Reproduction: Epigenetic Effects. *Current medicinal chemistry*, 25(6), 748–770. <https://doi.org/10.2174/0929867324666171009121001>
- Chiego, D. (2019). *Essentials of oral histology and embryology: A clinical approach* (5.^a ed.). Elsevier.
- Chimeli, T. B., D'Alpino, P. H., Pereira, P. N., Hilgert, L. A., Di Hipólito, V., & Garcia, F. C. (2014). Effects of solvent evaporation on water sorption/solubility and nanoleakage of adhesive systems. *Journal of Applied Oral Science*, 22(4), 294–301.
- 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>
- Cuevas-Suárez, C. E., da Rosa, W. L. de O., Lund, R. G., da Silva, A. F., & Piva, E. (2019). Bonding performance of universal adhesives: An updated systematic review and meta-analysis. *Journal of Adhesive Dentistry*, 21(1), 7–26. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a41975>
- De Moraes, I. Q. S., do Nascimento, T. G., da Silva, A. T., de Lira, L. M. S. S., Parolia, A., & Porto, I. C. C. de M. (2020). Inhibition of matrix metalloproteinases: a troubleshooting for dentin adhesion. *Restorative Dentistry & Endodontics*, 45(3), 1–20. <https://doi.org/10.5395/rde.2020.45.e31>
- De Munck, J., Mine, A., Van den Steen, P. E., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Opdenakker, G., & Van Meerbeek, B. (2010). Enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces produced by mild self-etch adhesives. *European Journal of Oral Sciences*, 118(5), 494–501. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2010.00758.x>
- De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal of Dental Research*, 84, 118–32.

- 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.
- Erickson, R. L., Barkmeier, W. W., & Latta, M. A. (2009). The role of etching in bonding to enamel: A comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dental Materials*, 25(11), 1459–1467. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.07.002>
- Feitosa, V. P., Sauro, S., Ogliari, F. A., Ogliari, A. O., Yoshihara, K., Zanchi, C. H., Correr-Sobrinho, L., Sinhoret, M. A., Correr, A. B., Watson, T. F., & Van Meerbeek, B. (2014). Impact of hydrophilicity and length of spacer chains on the bonding of functional monomers. *Dental materials*, 30(12), 317–323. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.06.006>
- Ferraris, M., & Muñoz, A. (2009). *Histología y Embriología Bucodental* (3.^a ed.). Editorial Médica Panamericana.
- Floyd, C. J. E., & Dickens, S. H. (2006). Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dental Materials*, 22(12), 1143–1149. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.10.009>
- Fusayama, T. (1992). Total etch technique and cavity isolation. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 4(4), 105–109. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.1992.tb00674.x>
- Fusayama, T., Nakamura, M., Kurosaki, N., & Iwaku, M. (1979). Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *Journal of Dental Research*, 58(4), 1364-1370. <https://doi.org/10.1177/00220345790580041101>
- Goldberg, M., Kulkarni, A. B., Young, M., & Boskey, A. (2011). Dentin: Structure, composition and mineralization: The role of dentin ECM in dentin formation and mineralization. *Frontiers in bioscience - Elite Ed*, 3, 711–735.
- Hilton, T. J., Ferracane, J. L., & Broome, J. C. (2013). *Summitt's fundamentals of operative dentistry* (4.^a ed.). Quintessence Publishing.

- ISO/TS 11405:2015 (2015). ISO. Disponível em: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:ts:11405:ed-3:v1:en>
- Jun, S. K., Cha, J. R., Knowles, J. C., Kim, H. W., Lee, J. H., & Lee, H. H. (2020). Development of Bis-GMA-free biopolymer to avoid estrogenicity. *Dental Materials*, 36(1), 157–166. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.11.016>
- Kaczor, K., Gerula-Szymańska, A., Smektała, T., Safranow, K., Lewusz, K., & Nowicka, A. (2018). Effects of different etching modes on the nanoleakage of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 30(4), 287–298. <https://doi.org/10.1111/jerd.12375>
- Leite, M. L. A. E. S., Costa, C. A. S., Duarte, R. M., Andrade, A. K. M., & Soares, D. G. (2018). Bond Strength and Cytotoxicity of a Universal Adhesive According to the Hybridization Strategies to Dentin. *Brazilian Dental Journal*, 29(1), 68–75. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201801698>
- Luo, S., Liu, F., Yu, B., & He, J. (2019). Preparation of low shrinkage stress Bis-GMA free dental resin composites with a synthesized urethane dimethacrylate monomer. *Journal of Biomaterials Science, Polymer Edition*, 30(2), 137–149. <https://doi.org/10.1080/09205063.2018.1556853>
- 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), 1126–35.
- Magne, P., & Douglas, W. H. (1999). Optimization of resilience and stress distribution in porcelain veneers for the treatment of crown-fractured incisors. *The International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*, 19(6), 543–553.
- Marshall, G. W. Jr., Marshall, S. J., Kinney, J. H., & Balooch, M. (1997). The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *Journal of Dentistry*, 25(6), 441–58.
- Marshall, S. J., Bayne, S. C., Baier, R., Tomsia, A. P., & Marshall, G. W. (2010). A review of adhesion science. *Dental Materials*, 26(2), 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.157>

- Miyazaki, M., Tsujimoto, A., Tsubota, K., Takamizawa, T., Kurokawa, H., & Platt, J. A. (2014). Important compositional characteristics in the clinical use of adhesive systems. *Journal of oral science*, 56(1), 1-9.
- Moritake, N., Takamizawa, T., Ishii, R., Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2018). Effect of active application on bond durability of universal adhesives. *Operative Dentistry*, 14. <https://doi.org/10.2341/17-384-L>
- Muñoz, M. A., Luque, I., Hass, V., Reis, A., Loguercio, A. D., & Bombarda, N. H. C. (2013). Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of Dentistry*, 41(5), 404–411. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.03.001>
- Nagarkar, S., Theis-Mahon, N., & Perdigão, J. (2019). Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, 107(6), 2121–2131. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34305>
- 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), 265-73.
- Nanci, A. (2017). *Ten cate's oral histology: Development, structure and function* (9.^a ed.). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/0278-2391\(90\)90217-p](https://doi.org/10.1016/0278-2391(90)90217-p)
- Papakonstantinou, A. E., Eliades, T., Cellesi, F., Watts, D. C., & Silikas, N. (2013). Evaluation of UDMA's potential as a substitute for Bis-GMA in orthodontic adhesives. *Dental Materials*, 29(8), 898–905. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.05.007>
- 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., Tao, L., Boyd, L., King, G. E., & Horner, J. A. (1988). Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Archives of Oral Biology*, 33(4), 265–70.

- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Yiu, C., Hashimoto, M., Breschi, L., Carvalho, R. M. (2004). Collagen Degradation by Host-derived Enzymes during Aging. *Journal of Dental Research*, 83(3), 216-21.
- 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), 24–37. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.149>
- Perdigão, J., & Swift, E. J. (2015). Universal adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(6), 331–334. <https://doi.org/10.1111/jerd.12185>
- Peumans, M., De Munck, J., Van Landuyt, K., & Van Meerbeek, B. (2015). Thirteen-year randomized controlled clinical trial of a two-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions. *Dental Materials*, 31(3), 308–314. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.01.005>
- Ritter, A. V., Boushell, L. W., & Walter, R. (2019). *Sturdevant's art and science of operative dentistry* (7.^a ed.). Elsevier.
- Ross, M., & Pawlina, W. (2016). *Histology: A text and atlas* (7.a ed.). Harper & Row.
- Sadek, F. T., Castellan, C. S., Braga, R. R., Mai, S., Tjäderhane, L., Pashley, D. H., & Tay, F. R. (2010). One-year stability of resin-dentin bonds created with a hydrophobic ethanol-wet bonding technique. *Dental Materials*, 26(4), 380–386. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.12.009>
- Sadek, F. T., Monticelli, F., Muench, A., Ferrari, M., & Cardoso, P. (2005). A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials*, 7(14). <https://doi.org/10.1002/jbm.b.30447>

- Saikaew, P., Fu, J., Chowdhury, A. F. M. A., Carvalho, R. M., & Sano, H. (2019). Effect of air-blowing time and long-term storage on bond strength of universal adhesives to dentin. *Clinical Oral Investigations*, 23(6), 2629–2635.
- Salvio, L. A., Di Hipólito, V., Martins, A. L., & de Goes, M. F. (2013). Hybridization quality and bond strength of adhesive systems according to interaction with dentin. *European Journal of Dentistry*, 7(3), 315–326. <https://doi.org/10.4103/1305-7456.115416>
- Sano, H., Chowdhury, A. F. M. A., Saikaew, P., Matsumoto, M., Hoshika, S., & Yamauti, M. (2020). The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. *Japanese Dental Science Review*, 56(1), 24–31. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.10.001>
- 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). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.12.002>
- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive - A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria e Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Shahmoradi, M., Bertassoni, L. E., Elfallah, H. M., & Swain, M. (2014). *Advances in calcium phosphate biomaterials* (2.^a ed.). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-53980-0>
- Sideridou, I. D., & Karabela, M. M. (2011). Sorption of water, ethanol or ethanol/water solutions by light-cured dental dimethacrylate resins. *Dental Materials*, 27(10), 1003-1010.
- Sideridou, I. D., Tserki, V., & Papanastasiou, G. (2002). Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, 23(8), 1819–29.
- Sirisha, K., Rambabu, T., Ravishankar, Y., & Ravikumar, P. (2014). Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *Journal of Conservative Dentistry*, 17(5), 420–426. <https://doi.org/10.4103/0972-0707.139823>

- Sofan, E., Sofan, A., Palaia, G., Tenore, G., Romeo, U., & Migliau, G. (2017). Classification review of dental adhesive systems: From the IV generation to the universal type. *Annali di Stomatologia*, VIII(1), 1–17.
- Souza, L. C., Apolonio, F. M., Souza, L. P., Carrilho, M. R. O., & Saboia, V. P. A. (2015). Stability of the adhesive interface after different artificial aging techniques. *Journal of Dental Applications*, 2(2), 153-157.
- Spencer, P., Ye, Q., Park, J., Topp, E. M., Misra, A., Marangos, O., Wang, Y., Bohaty, B. S., Singh, V., Sene, F., Eslick, J., Camarda, K., & Katz, J. L. (2010). Adhesive/Dentin interface: the weak link in the composite restoration. *Annals of biomedical engineering*, 38(6), 1989–2003. <https://doi.org/10.1007/s10439-010-9969-6>
- Tani, C., & Finger, W. J. (2002). Effect of smear layer thickness on bond strength mediated by three all-in one self-etching priming adhesives. *Journal of Adhesive Dentistry*, 4(4), 283–9.
- Ting, S., Chowdhury, 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.
- Van Landuyt, K. L., De Munck, J., Snauwaert, J., Coutinho, E., Poitevin, A., Yoshida, Y., Inoue, S., Peumans, M., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005). Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *Journal of Dental Research*, 84(2), 183–188. <https://doi.org/10.1177/154405910508400214>
- 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 Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Adhesion to enamel and dentin: Current status and future 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), 100–121. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Van Landuyt, K., Yoshida, Y., & Peumans, M. (2020). From buonocore's pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives. A status perspective of rapidly advancing dental adhesive technology. *The journal of adhesive dentistry*, 22(1), 7–34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43994>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023>
- Vasconcelos e Cruz, J., Brito, J., Polido, M., & Gonçalves, L. L. (2019). A new experimental adhesive system containing G-IEMA–physicochemical properties. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 33(4), 418–432. <https://doi.org/10.1080/01694243.2018.1539154>
- Vasconcelos e Cruz, J., Polido, M., Brito, J., & Gonçalves, L. L. (2020). Dentin bonding and SEM analysis of a new experimental universal adhesive system containing a dendrimer. *Polymers*, 12(2). <https://doi.org/10.3390/polym12020461>
- Vasconcelos e Cruz, J., Polido, M., Brito, J., & Gonçalves, L. L. (2021). *Formulação para um sistema adesivo dentário universal contendo um monómero de reticulação dendrítico de segunda geração*. (Patente Portuguesa N.º 115064). Instituto Nacional de Proteção Industrial (INPI).
- Viljanen, E. K., Skrifvars, M., & Vallittu, P. K. (2007). Dendritic copolymers and particulate filler composites for dental applications: Degree of conversion and thermal properties. *Dental Materials*, 23(11), 1420–1427. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.11.028>

- Wagner, A., Wendler, M., Petschelt, A., Belli, R., & Lohbauer, U. (2014). Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *Journal of Dentistry*, 42(7), 800–807. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.04.012>
- Yadav, R., & Kumar, M. (2019). Dental restorative composite materials: A review. *Journal of Oral Biosciences*, 61(2), 78–83. <https://doi.org/10.1016/j.job.2019.04.001>
- Yamauchi, K., Tsujimoto, A., Jurado, C. A., Shimatani, Y., Nagura, Y., Takamizawa, T., Barkmeier, W. W., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2019). Etch-and-rinse vs self-etch mode for dentin bonding effectiveness of universal adhesives. *Journal of Oral Science*, 61(4), 549–553. <https://doi.org/10.2334/josnusd.18-0433>
- Yin, M., Liu, F., & He, J. (2016). Preparation and characterization of Bis-GMA free dental resin system with synthesized dimethacrylate monomer TDDMMA derived from tricyclo[5.2.1.0(2,6)]-decanedimethanol. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 57, 157–163. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.11.020>
- Yiu, C. K., Pashley, E. L., Hiraishi, N., King, N. M., Goracci, C., Ferrari, M., Carvalho, R. M., Pashley, D. H., & Tay, F. R. (2005). Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*, 26(34), 6863–6872. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2005.05.011>
- Yoshida, Y., Yoshihara, K., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Torii, Y., Ogawa, T., Osaka, A., & Van Meerbeek, B. (2012). Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *Journal of Dental Research*, 91(4), 376–381. <https://doi.org/10.1177/0022034512437375>
- Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek, B. (2018). Etching efficacy of self-etching functional monomers. *Journal of Dental Research*, 97(9), 1010–1016. <https://doi.org/10.1177/0022034518763606>
- Yu, B., Liu, F., & He, J. (2014). Preparation of low shrinkage methacrylate-based resin system without Bisphenol A structure by using a synthesized dendritic macromer (G-IEMA). *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 35, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2014.03.012>

- Yu, B., Liu, F., He, J., He, Y., & Lin, Z. (2015). Preparation of Bis-GMA-free dental restorative composites with dendritic macromer (G-IEMA). *Advances in Polymer Technology*, 34(4), 1–6. <https://doi.org/10.1002/adv.21519>
- Zecin-Deren, A., Sokolowski, J., Szczesio-Wlodarczyk, A., Piwonski, I., Lukomska-Szymanska, M., & Lapinska, B. (2019). Multi-Layer Application of Self-Etch and Universal Adhesives and the Effect on Dentin Bond Strength. *Molecules*, 24(2), 345.
- Zhou, W., Liu, S., Zhou, X., Hannig, M., Rupf, S., Feng, J., Peng, X., & Cheng, L. (2019). Modifying Adhesive Materials to Improve the Longevity of Resinous Restorations. *International Journal of Molecular Sciences*, 20(3), 723. <https://doi.org/10.3390/ijms20030723>.

ANEXOS

Anexo 1 - Aprovação da Comissão de Ética do IUEM para a realização do estudo *in vitro*.

Comissão de Ética EGAS MONIZ



Proc. Interno nº 937

Ex.ma Senhora
Marta Costa

Monte de Caparica, 28 de janeiro de 2021.

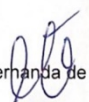
Ex.ma Senhora,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado **“Estudo da resistência adesiva à dentina após termociclagem de um sistema adesivo universal 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

Profª. Doutora Maria Fernanda de Mesquita



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

Anexo II - Autorização para a realização do trabalho de investigação no Laboratório de Biomateriais do IUEM.



Pedido de Autorização para realização do trabalho de projeto final do MIMD no Biomaterials Lab

Identificação do Estudante: Marta Jacinta Pereira da Costa N.º 112186

Título do Trabalho: Estudo da resistência adesiva à dentina após termociclagem de um sistema adesivo universal sem Bis-GMA, na vertente Etch-and-Rinse

Excelentíssimo Professor Doutor Mário Cruz Polido,

A aluna Marta Costa, vem por este meio solicitar o acesso ao Biomaterials Lab para realização do projeto final do Mestrado Integrado em Medicina Dentária, intitulado de: Estudo da resistência adesiva à dentina após termociclagem de um sistema adesivo universal sem Bis-GMA, na vertente Etch-and-Rinse, orientado pela Professora Doutora Joana Vasconcelos e Cruz.

Com os melhores cumprimentos,

Monte da Caparica, 18 de novembro de 2020

Assinado por: **MÁRIO HUMBERTO DOS SANTOS**
CRUZ POLIDO
Num. de Identificação: B1053292871
Data: 2020.12.09 11:13:22+00'00'

