



**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**RESISTÊNCIA ADESIVA AO ESMALTE, DE UM SISTEMA  
ADESIVO UNIVERSAL EXPERIMENTAL SEM BIS-GMA, NA  
VERTENTE *ETCH-AND-RINSE***

Trabalho submetido por  
**Miguel José Pereira Alves**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**Setembro de 2020**





**INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

**MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

**RESISTÊNCIA ADESIVA AO ESMALTE, DE UM SISTEMA  
ADESIVO UNIVERSAL EXPERIMENTAL SEM BIS-GMA, NA  
VERTENTE *ETCH-AND-RINSE***

Trabalho submetido por  
**Miguel José Pereira Alves**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof. Doutor Mário Cruz Polido**

e coorientado por  
**Mestre Joana Vasconcelos e Cruz**



## **DEDICATÓRIA**

Dedico toda a realização deste trabalho aos meus pais.



## **AGRADECIMENTOS**

Quero agradecer ao meu orientador, o Prof. Doutor Mário Polido, pelas indicações, pela constante ajuda sempre que eu precisava, às vezes até mais que uma vez num dia, e pela disponibilidade para esclarecer qualquer dúvida. Foi mais uma vez, uma honra trabalhar ao seu lado e aprender cada vez mais.

Quero também agradecer à Mestre Joana Vasconcelos e Cruz, pela incansável disponibilidade para expor qualquer dúvida ou qualquer problema que pudesse ter surgido, assim como pela preocupação e dedicação que demonstrou pelo projeto de investigação.

O meu muito obrigado ao Professor Doutor José Brito, pela sua grande ajuda na análise e tratamento de todos os dados, o que permitiu realizar com mais facilidade e rapidez a Discussão e Conclusão do trabalho.

Também o meu muito obrigado à Prof. Doutora Ana Azul, que sempre que necessário, quando havia alguma dúvida, esteve sempre disponível para responder e ajudar.

Finalmente, deixo o meu agradecimento à presente instituição de ensino e a todos os professores que me acompanharam ao longo destes anos, pela fundamental transmissão de conhecimentos.

Agradeço também aos meus amigos e colegas do Mestrado Integrado em Medicina Dentária, Licenciatura em Ciências da Saúde, e Pós-Graduação em Endodontia, pela paciência, pelos risos, pela amizade e, acima de tudo, pelo companheirismo.

Por fim, um especial agradecimento aos meus pais, pois sem eles nada disto era possível. Estou e estarei eternamente grato por tudo o que fizeram por mim.



## RESUMO

As técnicas adesivas são fundamentais na medicina dentária, sendo indispensável a escolha de um sistema adesivo com elevada eficácia e durabilidade.

**Objetivo:** Avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração, de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e de sistemas adesivos universais com Bis-GMA, na vertente *etch-and-rinse*.

**Material e Métodos:** Utilizaram-se 10 dentes molares hígidos, sem cáries nem restaurações, extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos há menos de 6 meses. Num micrótomato de tecidos duros, foram realizados cortes no sentido vestibulo-lingual, de forma a se obter 2 espécimes por dente, totalizando 20 espécimes. Seguidamente a *smear layer* é simulada através do polimento das faces interproximais com lixa SiC de 600 grit.

Após o corte dos espécimes, foram distribuídos aleatoriamente em 4 grupos de n=5, sendo agrupados de acordo com o sistema adesivo utilizado. Para todos os grupos foi utilizado o protocolo *etch-and-rinse*: Grupo 1 - *Scotchbond Universal*; Grupo 2 - *Futurabond M+*; Grupo 3 – EM1, sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA; Grupo 4 - EM2, sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA. Posteriormente confeccionaram-se blocos de resina composta fotopolimerizável com 6 a 8 mm de altura e armazenaram-se numa estufa de incubação a 37°C, durante 24 horas. Finalmente, os dentes foram cortados nas direções X e Y num micrótomato de tecidos duros em palitos com 1 mm<sup>2</sup> de secção transversal e sujeitos a forças de tração de 0,5mm/min numa máquina de testes universal, até à fratura, de modo a avaliar a resistência adesiva de cada grupo.

A validação dos dados obteve-se com recurso a várias matrizes de covariância homogénea e usando o critério de informação de Akaike e o Critério Bayesiano de Schwarz.

**Resultados:** Não existem diferenças significativas entre adesivos no que diz respeito aos valores da força adesiva ( $p = 0,237$ ).

**Conclusões:** O sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA apresentou uma resistência adesiva semelhante aos restantes adesivos estudados.

**Palavras-Chave:** *Etch-and-rinse*; Resistência Adesiva; G-IEMA; Sistemas Adesivos Universais.



## ABSTRACT

Adhesive techniques are fundamental in dentistry, and it is essential to choose an adhesive system with high efficiency and durability.

**Objective:** To evaluate the adhesive resistance to enamel, by microtensile bond strength, of an experimental universal adhesive system without Bis-GMA and of universal adhesive systems with Bis-GMA, in the etch-and-rinse approach.

**Material and Methods:** 10 healthy molar teeth were used, without caries or restorations, extracted for periodontal or orthodontic reasons less than 6 months ago. In a microtome of hard tissues, cuts were made in the buccolingual direction, in order to obtain 2 specimens per tooth, obtaining a total of 20 specimens. The smear layer was then simulated by polishing the interproximal faces with 600 grit SiC sandpaper.

After being cut, the specimens were randomly distributed in 4 groups of  $n = 5$ , which were sorted according to the adhesive system used. The etch-and-rinse protocol was applied in all groups: Group 1 - Scotchbond Universal; Group 2 - Futurabond M+; Group 3 - EM1, experimental universal adhesive system with Bis-GMA; Group 4 - EM2, experimental universal adhesive system without Bis-GMA. Then blocks of resin 6 to 8 mm high were made using a photopolymerizable composite resin, and subsequently stored in an incubation oven at 37°C for 24 hours. Finally, the teeth were cut in the X and Y directions in a microtome of hard tissues on beams with a cross-section of 1 mm<sup>2</sup> and subjected to traction forces of 0.5 mm/min in a universal testing machine, until fracture, in order to evaluate the adhesive strength of each group.

Data validation was obtained using several homogeneous covariance matrices and using the Akaike information criterion and the Schwarz Bayesian criterion.

**Results:** There are no significant differences between adhesives with regard to the values of adhesive strength ( $p = 0.237$ ).

**Conclusions:** The experimental universal adhesive system without Bis-GMA showed an adhesive resistance similar to the other studied adhesives.

**Keywords:** Etch-and-rinse; Bond Strength; G-IEMA; Universal Adhesive Systems.



## ÍNDICE GERAL

I. INTRODUÇÃO .....	11
1. Esmalte.....	12
2. Adesão.....	13
2.1. Conceitos Físicos.....	14
2.2. <i>Smear Layer e Smear Plugs</i> .....	15
2.3. Adesão ao Esmalte.....	16
3. Sistemas Adesivos Dentários.....	17
3.1. Sistemas Adesivos Universais.....	19
4. Composição dos Sistemas Adesivos Universais.....	21
4.1. Monómeros Funcionais.....	21
4.1.1. 10-MDP.....	21
4.2. Monómeros Base.....	22
4.2.1. Bis-GMA.....	22
4.2.2. G-IEMA.....	23
5. Técnicas Laboratoriais para avaliação da resistência adesiva.....	25
5.1. Testes de Microtração ( $\mu$ TBS).....	26
II. OBJETIVOS.....	29
1. Hipóteses Experimentais.....	29
III. MATERIAIS E MÉTODOS.....	31
IV. RESULTADOS.....	43
V. DISCUSSÃO.....	47
VI. CONCLUSÃO.....	53
VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	55
VIII. ANEXOS	

## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Estrutura química do Bis-GMA (Vasconcelos e Cruz et al., 2019).....	23
<b>Figura 2</b> - Estrutura química do G-IEMA (Vasconcelos e Cruz et al., 2019).....	25
<b>Figura 3</b> - Esquema representativo do procedimento de preparação dos espécimes e teste de microtração ( $\mu$ TBS), baseado em (Loomans et al., 2011).....	27
<b>Figura 4</b> - Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Denmark).....	31
<b>Figura 5</b> - Fixação do dente no suporte com cera colante.....	32
<b>Figura 6</b> - Corte central para dividir a parte mesial e distal.....	32
<b>Figura 7</b> - Escavador de dentina.....	32
<b>Figura 8</b> - Cola de cianoacrilato e ativador (Würth, Switzerland).....	33
<b>Figura 9</b> - Polidora (LaboForce-1, Struers, Denmark).....	33
<b>Figura 10</b> - Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA).....	35
<b>Figura 11</b> - Futurabond M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)MN, USA).....	35
<b>Figura 12</b> - EM1 (Sistema Adesivo Universal Experimental com Bis-GMA) (Egas Moniz, Almada, Portugal).....	35
<b>Figura 13</b> - EM2 (Sistema Adesivo Universal Experimental com G-IEMA) (Egas Moniz, Almada, Portugal).....	35
<b>Figura 14</b> - Schmidt composite nanohíbrido (MADESPA, Toledo, Espanha).....	37
<b>Figura 15</b> - Espátula angulada.....	37
<b>Figura 16</b> - Elipar <sup>TM</sup> DeepCure-S (3M, St.Paul, MN, USA).....	37
<b>Figura 17</b> - Radiómetro Demetron 100 (Danbury, CT, USA).....	38
<b>Figura 18</b> - Divisão dos dentes em 4 quadrantes.....	38
<b>Figura 19</b> - Estufa de incubação (Memmert INE 400, Memmert, Germany).....	38
<b>Figura 20</b> - Cortes efetuados na direção Y no micrótomo (Accutom-50, Struers, Denmark).....	39
<b>Figura 21</b> - Cortes efetuados na direção X e Y no micrótomo (Accutom-50, Struers, Denmark).....	39
<b>Figura 22</b> - Palitos obtidos no micrótomo (Accutom-50, Struers, Denmark).....	39
<b>Figura 23</b> - Palito colocado no jig com cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA).....	40
<b>Figura 24</b> - Cola de cianoacrilato e ativador (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA).....	40

<b>Figura 25</b> - Máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan).....	41
<b>Figura 26</b> - <i>Jig</i> colocado na máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan).....	41
<b>Figura 27</b> - <i>Jig</i> colocado na máquina de testes universal após fratura do palito (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan).....	42
<b>Figura 28</b> - Esquema representativo do tipo de fratura, baseado em (Loomans et al., 2011).....	42
<b>Figura 29</b> - Craveira digital (Insize Inc, Loganville GA, USA).....	42

## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1:</b> Composição, Lote, Validade e pH dos sistemas adesivos estudados.....	34
<b>Tabela 2:</b> Instruções da aplicação dos sistemas adesivos usados, segundo o fabricante, na vertente <i>etch-and rinse</i> .....	36
<b>Tabela 3:</b> Informação sobre diversas estruturas de covariâncias.....	44
<b>Tabela 4:</b> Testes de efeito fixo tipo III.....	44
<b>Tabela 5:</b> Média em MPa e Desvio Padrão das forças adesivas por microtração e número de amostras de cada grupo.....	45

## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1:</b> Dispersão dos valores de força observados por palitos e por grupo de tratamento.....	43
<b>Gráfico 2:</b> Média em MPa e Desvio Padrão das forças adesivas por microtração de cada grupo.....	45

## ÍNDICE DE SIGLAS

- Bis-GMA** – Glicidildimetacrilato de bisfenol
- BPA** - Bisfenol-A
- CQ** – Canforoquinona
- DNA** - Ácido desoxirribonucleico
- EM1** - Adesivo Experimental com Bis-GMA
- EM2** - Adesivo Experimental com G-IEMA
- ER** – *Etch-and-rinse*
- Fenil-P** - 2-Metacriloxietil fenil hidrogeno fosfato
- G-IEMA** – G(2)-Metacrilato de 2-isocianoetilo
- HAp** - Hidroxiapatite
- HEMA** – Metacrilato de 2-hidroxietilo
- kN** – Quilonewton
- MPa** – Megapascal
- MEV** – Microscopia eletrónica de varrimento
- 4-MET** - 4-Metacriloxietil trimelítico
- min** - Minutos
- mm** - Milímetros
- nm** – Nanómetros
- 10-MDP** - 10- Metacriloxidil dihidrogeno fosfato
- pH** - Potencial de hidrogénio
- s** - Segundos
- SE** – *Self-etch*
- SBS** – Teste de cisalhamento
- TBS** – Teste de tração
- TEGDMA** - Dimetacrilato de trietilenoglicol
- UDMA** - Uretano dimetacrilato
- µm** – Micrómetro
- µSBS** – Teste de microcisalhamento
- µTBS** - Teste de microtração

## **I. INTRODUÇÃO**

A adesão aos tecidos dentários surgiu em 1955 com Buonocore, e revolucionou desde então a Dentisteria Operatória, em Medicina Dentária. O conceito conservador de dentisteria operatória minimamente invasiva surgiu com a capacidade da adesão eficaz entre os materiais restauradores e os substratos dentários. Assim, as preparações cavitárias previamente propostas por Black, que implicavam a realização de cavidades geométricas específicas que incluíam a remoção de tecido são para promover a retenção do material restaurador, tornaram-se ultrapassadas (Buonocore, 1955; Van Meerbeek et al., 1998; Cardoso et al., 2011; Dalli et al., 2013; Perdigão et al., 2014).

Já no final do século XIX, Greene Vardiman Black, considerado como um dos fundadores da medicina dentária moderna, concebeu as formas de preparo cavitário, abertura e contornos seguindo uma extensão preventiva, sem qualquer preocupação com a conservação de estrutura dentária. Com o passar do tempo, os métodos foram sendo substituídos por técnicas restauradoras adesivas, deixando de lado a retenção mecânica dos materiais restauradores (Perdigão et al., 1999).

Com o avançar da tecnologia durante a segunda metade do século XX, houve um impacto muito significativo no desenvolvimento das técnicas na dentisteria restauradora. Os doentes exigem cada vez mais estética em qualquer que seja o procedimento e o sorriso é um dos aspectos mais valorizados de cada pessoa (Van Meerbeek et al., 1998).

O mecanismo de adesão é profundamente complexo, sendo que a cavidade oral é o local com as maiores alterações dinâmicas, tanto pela composição da flora oral, pela relação às forças oclusais e também pelo seu pH que se torna altamente destruidor para as ligações adesivas (Van Meerbeek, 1998; Anusavice, 2013).

As modificações no selamento entre o dente e a restauração ainda são um desafio no que diz respeito à longevidade e durabilidade das restaurações. O desempenho clínico das restaurações é altamente afetado pela micro e nano-infiltração no decorrer do tempo, resultantes de bactérias e fluidos da cavidade oral que degradam a interface adesiva. A compreensão dos clínicos de múltiplos fatores, nomeadamente o tipo de sistema adesivo disponível, a sua composição, a relação destes com a sua função, os substratos a aderir e possíveis interações químicas, é essencial uma vez que estes podem ter influencia na

manipulação e aplicabilidade clínica, devido às diferentes características (Carvalho et al., 2012).

## **1. Esmalte**

O esmalte é o tecido mais mineralizado do corpo humano, sendo composto por mais de 96% de material inorgânico (principalmente por hidroxiapatite), e o restante de água (3%) e material orgânico (1%) como o carbonato, sódio, magnésio, potássio, cloro, zinco, lípidos e flúor. Assim, a hidroxiapatite (HAp) é o principal constituinte do esmalte (Anchieta et al., 2015).

O esmalte envolve toda a área da coroa anatômica do dente, apresentando uma espessura variável. A maior espessura de esmalte localiza-se na zona incisal ou oclusal e vai, progressivamente diminuindo em direção à junção amelo-cimentária (Imai et al., 2017).

O esmalte é secretado por células denominadas de ameloblastos, originados a partir da ectoderme (Yu et al., 2015). A superfície de esmalte encontra-se organizada, por longos e finos cristais de hidroxiapatite dispostos em matrizes paralelas com 2 a 3  $\mu\text{m}$  de diâmetro denominados prismas. Cada um destes prismas estende-se da junção amelo-dentinária até à superfície externa do dente, alinhados entre si paralelamente e perpendicularmente à junção amelo-dentinária, exceto na dentição permanente onde se encontram direcionados para apical nas localizações cervicais. O diâmetro médio de cada um dos prismas é de 3  $\mu\text{m}$  próximo da dentina e de cerca de 8  $\mu\text{m}$  perto da superfície externa do dente. Desta forma, o esmalte perde densidade da superfície externa do dente em direção à junção amelo-dentinária. Esta diferença justifica o maior volume da coroa que existe junto da superfície externa (faces oclusais e incisais), quando comparado com o menor volume junto à porção dentinária (Lung et al., 2016).

A superfície do esmalte intacta apresenta-se como uma estrutura lisa e regular. A camada superficial de esmalte é hipermineralizada, com menos prismas de esmalte, maior quantidade de matéria inorgânica e mais fluoretos, tornando esta camada menos permeável e menos reativa aos ácidos do que as camadas subjacentes. A preparação da superfície de esmalte remove esta camada hipermineralizada, tornando assim o esmalte mais suscetível à ação dos sistemas adesivos. Desta forma, as forças de adesão em esmalte

preparado são superiores comparativamente com a adesão à superfície de esmalte intacto, sendo que quando o esmalte é deixado intacto, e esta camada não é removida, não são criadas irregularidades e, como consequência disso, não aumenta a área de superfície de contacto entre o esmalte e o sistema adesivo (Imai et al., 2017).

## **2. Adesão**

O fenómeno de adesão é definido como o estado no qual duas superfícies são mantidas juntas por forças químicas ou físicas, com o auxílio de um adesivo (ISO/TS 11405:2015).

A energia de superfície é a capacidade que uma superfície possui para reagir e ser impregnada pelos líquidos. Quanto mais elevada for a energia de superfície das estruturas dentárias, maior será a sua potencialidade de atrair e ser penetrada pelos sistemas adesivos, maior será sua reatividade, molhabilidade e consequentemente melhor vai ser a adesão (Van Meerbeek et al., 2011).

A molhabilidade define-se pela capacidade de um líquido se espalhar sobre a superfície de um sólido, que resulta de interações intermoleculares quando os dois são dispostos juntos. Logo, se a força de atração entre as moléculas do adesivo e moléculas do substrato é mais forte que a atração entre moléculas do adesivo, o adesivo líquido vai-se espalhar em maior quantidade sobre a superfície do sólido, resultando num menor ângulo de contato. Quanto mais alta for a molhabilidade, melhor será a adesão. O ângulo de contato é influenciado pela diferença entre a energia de superfície do substrato e a tensão superficial do adesivo (Perdigão et al., 2014).

O ângulo de contato mede a capacidade de um líquido molhar um sólido. Ou seja, é o ângulo de interseção entre um líquido e uma superfície sólida, medido através do líquido até à tangente da linha que se origina no término da interface líquido-sólido. Aquando da impregnação do adesivo no esmalte, cria-se um ângulo de contato, e quanto mais próximo for de zero, maior a penetrabilidade e a molhabilidade. A aplicação de ácido ortofosfórico permite alterar este ângulo de contacto, favorecendo a penetração do adesivo na superfície dentária (Van Meerbeek et al., 2011).

A adesão química é representada pelas forças de valência primárias, como ocorre nas ligações iônicas, metálicas ou covalentes e também pelas forças de Van der Waals, que são as forças de valência secundárias (Mazzoni et al., 2015).

A união física dá-se quando há uma apreensão física do material dentro das cavidades naturais ou artificiais, dependendo de ligações químicas secundárias, como no caso das ligações de Van der Waals ou ligações de hidrogênio, que vão promover interfaces adesivas mais fracas (Suzuki et al., 2016).

Os sistemas adesivos dentários são combinações de monômeros resinosos hidrofílicos e hidrofóbicos, de diferentes pesos moleculares, e solventes, que estabelecem a ligação entre o material restaurador e a estrutura dentária, após polimerização. São substâncias de consistência fluida, com propriedades de humedecer as superfícies a unir, penetrando bem entre as irregularidades e endurecendo, permitindo assim a união às superfícies ou substratos (Imai et al., 2017).

A contaminação do substrato por fluidos como a saliva, diminui a energia de superfície e compromete a molhabilidade. Para estabelecer um íntimo contato entre o substrato e o adesivo a tensão superficial do adesivo deve ser menor que a energia de superfície do substrato, para que o ângulo de contato seja o mais próximo de zero e promova a molhabilidade de superfície (Boncuk et al., 2014).

## 2.1. Conceitos Físicos

Como mencionado anteriormente, o esmalte intacto possui uma película lisa, sem retenções superficiais, o que não favorece a adesão. Desse modo, o condicionamento ácido do esmalte é útil, uma vez que promove um aumento da rugosidade e da energia de superfície. A aplicação de um material resinoso nesta superfície previamente tratada, faz com que os monômeros penetrem nas irregularidades, por atração capilar e, depois de polimerizados, estabeleçam uma adesão micromecânica – formação de *resin tags* (Yoshida & Gomes, 2020).

A retenção micromecânica dos *resin tags* em superfícies rugosas é um ótimo mecanismo de ligação ao esmalte. Contudo, a ligação química à hidroxiapatite também pode ser realizada por uma reação de quelação com os íons cálcio ou com os grupos

fosfato ou hidroxilo. Para a adesão micromecânica, considerada o "gold standard", é necessário proceder à desmineralização da camada superficial do esmalte e ao condicionamento com ácido ortofosfórico altamente concentrado (35-37%, pH = 0,4) (Özcan et al., 2012).

Assim, para promover uma ligação duradoura, os mecanismos de adesão primários, tendo o material dentário como substrato, devem envolver: humidade de superfície, microretenção e interação química. Clinicamente, deve-se sempre tentar fazer o melhor uso destes 3 mecanismos básicos de ligação, para obter uma boa adesão (Van Meerbeek et al., 2020).

## **2.2. *Smear Layer e Smear Plugs***

A designação de *smear layer* é conhecida como uma camada de detritos de estrutura irregular resultante da abrasão mecânica após a preparação do preparo cavitário. Esta camada é formada por cristais de hidroxiapatite (HAp), de colagénio modificado por desnaturação, bactérias e humidade. Estes detritos depositam-se, na superfície do esmalte e da dentina (Van Meerbeek et al., 2011).

Quando esta camada de detritos se deposita na entrada dos túbulos dentinários, denomina-se *smear plugs*. Como resultado, há uma redução da permeabilidade dos substratos, conferindo-lhe um aspeto superficial de elevada rugosidade, sendo que, a sua sub-superfície pode apresentar fendas de grande amplitude, produzindo uma quantidade considerável de detritos compostos de matriz de colagénio mineralizado (Van Meerbeek et al., 2011).

Para Pashley et al., (1984), a *smear layer* poderia, através da obliteração dos túbulos dentinários, servir de protetor cavitário diminuindo assim a permeabilidade da dentina, apesar da aglomeração de microorganismos e dos seus subprodutos. Por outro lado, poderia ser desfavorável na criação da interface adesiva ao dificultar a difusão em profundidade dos monómeros de resina (Pashley et al., 1984).

Dessa forma, uma vez que o procedimento adesivo é limitado pela *smear layer*, que constitui uma barreira na difusão dos sistemas adesivos, para que o adesivo interaja

diretamente com o esmalte ou com a dentina, é necessária a sua eliminação e/ou modificação (Alex, 2015).

Atualmente, alguns autores acreditam que a *smear layer*, por ser um ponto fraco, constitui uma barreira à adesão entre as resinas compostas e o esmalte, devendo ser removida por completo, pois quanto menor for a *smear layer*, maior será a adesão (Erickson, 1992; Kusumasari et al., 2020).

### **2.3. Adesão ao Esmalte**

A introdução do condicionamento ácido ao esmalte foi descrita, pela primeira vez, em 1955, por Buonocore, com a intenção de fazer aderir ao esmalte uma resina acrílica (Buonocore, 1955; Ting et al., 2015).

Os processos de adesão são alcançados, através do condicionamento ácido do esmalte, transformando a sua superfície lisa numa superfície altamente irregular, aumentando a sua energia de superfície. Quando um compósito é aplicado na superfície do esmalte previamente condicionada pelo ácido, os monómeros são transportados para dentro das irregularidades por atração capilar, estabelecendo assim a adesão. O fluxo de penetração dos adesivos nas áreas porosas vai resultar na formação de *resin tags* que, após serem polimerizados, se unem mecanicamente à resina composta e ao esmalte previamente condicionado. Estes *resin tags* podem estender-se até dez a vinte micrómetros nas porosidades do esmalte, sendo que o seu comprimento depende diretamente da sua espessura e do tempo de condicionamento (Freeman et al., 2012; Suzuki et al., 2016).

Em 1955, Buonocore, utilizou ácido ortofosfórico a 85%, vindo desta forma a revolucionar a dentisteria adesiva. Atualmente a concentração de ácido ortofosfórico varia entre os 30 e os 40%, sendo 37% a mais utilizada (Perdigão et al., 2013).

Estudos demonstram que menores concentrações também garantem bons resultados adesivos. Através de Microscopia Eletrónica de Varrimento (MEV), provou-se que o tempo de aplicação do ácido ideal deverá ser de 15s, uma vez que é igualmente eficaz, comparando com a aplicação de 60s praticada anteriormente. A atuação do ácido quer

por 60s, quer por 15s, resultou em forças adesivas e nanoinfiltrações semelhantes, em diversos estudos *in vitro* (Perdigão et al., 2013).

De acordo com alguns autores, os valores de adesão das resinas compostas ao esmalte condicionado são normalmente superiores a 20 MPa. Contudo, para que o ácido tenha uma ação eficaz, tem de estar em contato com a superfície do esmalte, que é obtido através de uma apropriada profilaxia prévia, o que aumenta o poder de molhabilidade do ácido (Rizvi et al., 2016).

A retenção adequada e a diminuição da microinfiltração é garantida pelos valores de adesão entre 17 e 24 MPa, pois a infiltração marginal de componentes salivares e bactérias na interface entre o dente e a restauração, pode provocar descoloração marginal, irritação pulpar e cáries secundárias (Van Meerbeek et al., 1998; Thanaratikul et al., 2016).

Há autores que defendem que as restaurações em resina composta devidamente aderidas ao esmalte, principalmente as muito extensas, trazem também benefícios como o reforço das cúspides, pois reforçam substancialmente a estrutura dentária (Armstrong et al., 2017).

### **3. Sistemas Adesivos Dentários**

Desde a introdução do condicionamento ácido por Buonocore (1955), que a retenção micromecânica criada pela penetração dos monómeros nas microporosidades criadas no esmalte é considerada a chave do sucesso de restaurações adesivas (Buonocore, 1955; Stape et al., 2018).

O mecanismo da adesão ao esmalte é um processo de troca, em que os minerais removidos dos tecidos dentários são substituídos por monómeros de resina que se interligam criando retenções micromecânicas nas porosidades criadas (McLean et al., 2015; Cardenas et al., 2016).

Os sistemas adesivos atuais são classificados segundo duas técnicas de interação com a *smear layer*, a técnica *etch-and-rinse* que pode ser de 3 e 2 passos e a técnica *self-*

*etch* que pode ser de 2 ou 1 passo. Na técnica de *etch-and-rinse* de 3 passos são apresentados em separado o ácido, o *primer* e o *bond*. Na técnica de 2 passos o ácido é apresentado em separado e o *primer* e *bond* aparecem juntos (Montagner et al., 2014).

Na técnica *self-etch* de 2 passos o ácido e *primer* são apresentados juntos e o *Bond* em separado e na técnica de 1 passo o ácido, o *primer* e o *bond* aparecem todos juntos.

Quando aplicado segundo o protocolo *etch-and-rinse*, o dente é condicionado com ácido ortofosfórico (30 a 40%) durante cerca de 15 segundos, seguido de lavagem e secagem. Posteriormente, é aplicado o *primer* e por fim uma resina adesiva ou *bond*. Esta técnica é considerada a abordagem mais eficaz em termos de adesão. A adesão é obtida pela presença de *resin tags* que são formados através da polimerização *in situ* da resina adesiva ou *bond* envolvendo os cristais de hidroxiapatite (Van Meerbeek et al., 2003; Suzuki et al., 2016).

Quando aplicados com o protocolo *self-etch* não se realiza a aplicação prévia de ácido ortofosfórico, nem se procede à sua posterior lavagem. Os adesivos SE não necessitam de condicionamento ácido uma vez que apresentam *primers* ácidos, que têm na sua constituição monómeros funcionais que desmineralizam e envolvem o substrato dentário, apenas é necessário aplicar o *primer* deixar atuar 20s, secar durante 5s e fotopolimerizar 20s (Van Meerbeek et al., 2003).

Os sistemas adesivos *self-etch* têm uma boa aceitação por parte dos clínicos, uma vez que são materiais de fácil utilização e menos sensíveis à técnica, sendo considerados uma alternativa viável aos comuns sistemas *etch-and-rinse* (Takamizawa et al., 2016).

Como mencionado anteriormente, os adesivos *self-etch* são mais fáceis de usar e requerem menos passos e tempo em contraste com os sistemas *etch-and-rinse*, têm como vantagem não gerarem disparidades entre a profundidade de desmineralização e a profundidade de infiltração da resina, dado que os dois processos ocorrem simultaneamente (Giannini et al., 2015).

Apesar de eliminada a etapa do condicionamento ácido, lavagem e secagem, um adesivo *self-etch* de dois passos requer uma camada de uma resina adesiva entre o *primer* e a resina composta restauradora, denominada *bond*. Já no caso das formulações *self-etch*

*all-in-one*, as substâncias condicionadoras, o *primer* e o *bond* encontram-se misturadas apenas num frasco (Shibata et al., 2016).

Como os adesivos *self-etch* não removem a camada de *smear layer*, é esperado que causem uma sensibilidade pós-operatória inferior, ao contrário dos adesivos *etch-and-rinse*, onde a *smear layer* é removida (Giannini et al., 2015).

Consoante o valor de pH os sistemas adesivos *self-etch*, podem ser classificados em quatro categorias diferentes: adesivos *self-etch strong* (pH<1), *intermediately strong* (pH≈1.5), *mild* (pH≈2) e *ultra-mild* (pH≥2.5) (Van Meerbeek et al., 2010).

Os sistemas adesivos *self-etch strong* apresentam um pH consideravelmente baixo e o seu mecanismo de adesão bem como a morfologia interfacial produzida apresenta semelhanças com a produzida pelos adesivos *etch-and-rinse*, permitindo uma melhor infiltração do adesivo. Os adesivos *self-etch mild* têm apenas capacidade para desmineralizar levemente o esmalte, dissolvendo apenas uma parte da superfície dentária (Thanaratikul et al., 2016; Van Meerbeek et al., 2011).

Estudos *in vitro* e *in vivo* demonstraram, que a adesão ao esmalte gerada por sistemas adesivos *etch-and-rinse* é mais duradoura do que quando se utilizam sistemas adesivos *self-etch*. Contudo, vários estudos *in vitro* demonstraram que os sistemas adesivos *self-etch* e *etch-and-rinse* apresentam, ambos, bons resultados (Cardenas et al., 2016; Armstrong et al., 2017; Pouyanfar et al., 2018).

### 3.1. Sistemas Adesivos Universais

Uma das mais recentes novidades, nos sistemas adesivos, foi a introdução de adesivos universais, que têm sido utilizados desde 2011 na prática clínica. Estes sistemas são conhecidos como "*multi-mode*", "*multi-purpose*" ou "*all-in-one*" porque podem ser aplicados como sistemas adesivos *self-etch* (SE), e como adesivos *etch-and-rinse* (ER). Na dentina podem ser aplicados como adesivos *self-etch* sobre a dentina ou adesivos *etch-and-rinse* sobre o esmalte (uma técnica designada como *selective enamel etching*), sendo este o modo de aplicação mais recomendado, pois permite um condicionamento ácido profundo das margens do esmalte (Wagner et al., 2014).

Os sistemas adesivos universais, foram também concebidos de forma a poderem ser utilizados para aderir a diversos tipos de substratos. Assim, estes sistemas podem ligar-se a materiais restauradores à base de metacrilato, cimentos, selantes, dentina, esmalte, ionómero de vidro e substratos de restauração indireta, incluindo metais, alumina, zircônio e outras cerâmicas (Pouyanfar et al., 2018).

Os sistemas adesivos universais incluem uma mistura de monómeros hidrofóbicos e hidrofílicos, bem como partículas de carga, iniciadores de polimerização, estabilizadores e solventes, que, depois de polimerizados, são capazes de retardar o processo de absorção de água e, naturalmente, da degradação da interface adesiva por hidrólise. Todos eles incluem monómeros ácidos e têm um padrão de aplicação semelhante ao dos sistemas *self-etch* (Pouyanfar et al., 2018).

Além disso, a maioria dos sistemas adesivos universais contém monómeros específicos de fosfato e/ou carboxilato, como por exemplo o 10-MDP, que se irão ligar quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite, reforçando assim a adesão micromecânica (Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

A evidência científica no que diz respeito à longevidade dos sistemas adesivos universais é ainda diminuta. Apesar da elevada variedade deste tipo de adesivos lançados no mercado, há ainda poucos estudos *in vivo* e *in vitro* que sustentem a sua performance adesiva, e dos poucos que há, alguns são controversos (Muñoz et al., 2013; Beltrami et al., 2016).

As evidências *in vitro* sugerem que a força de adesão de adesivos universais depende essencialmente do seu pH. Quando aplicados no esmalte, o desempenho da adesão dos adesivos universais *mild* podem ser melhorados com o condicionamento ácido prévio com ácido ortofosfórico, enquanto que os *strong* são capazes de degradar por completo a *smear layer* e condicionar uma elevada profundidade de desmineralização. No entanto os *mild* possuem melhores resultados em termos de estabilidade, tanto com condicionamento ácido prévio, como autocondicionante (Cuevas-Suárez et al., 2019a; Cuevas-Suárez et al., 2019b).

Além disso, foi observada uma diminuição significativa na resistência adesiva após envelhecimento das amostras quando aplicados com o uso de sistemas adesivos

*intermediately strong*, independentemente do substrato ou da técnica de adesão utilizada (Cuevas-Suárez et al., 2019; Cuevas-Suárez et al., 2019a; Cuevas-Suárez et al., 2020).

## 4. Composição dos Sistemas Adesivos Universais

### 4.1. Monómeros Funcionais

#### 4.1.1. 10-MDP

Os adesivos universais contêm atualmente um ou dois monómeros funcionais que propiciam a interação química com a HAp dos tecidos. Estas moléculas são provenientes de uma reação de um álcool bivalente com derivados do ácido fosfórico-carboxílico e ácido metacrílico, sendo elas esteres ácidos. Os monómeros mais comuns são (Yoshida, et al., 2004; Van Meerbeek, et al., 2011):

- Fenil-P (2-metacriloxietil fenil hidrogeno fosfato);
- 4-MET (4-Metacriloxietil trimelítico);
- 10-MDP (10- Metacriloxidil dihidrogeno fosfato).

O 10-MDP é constituído quimicamente por uma cadeia hidrofóbica de dez carbonos ou grupos decil que une os dois grupos, um grupo de metacrilato polimerizável, e um grupo funcional de ácido fosfórico com grande afinidade para a HAp, baseado no conceito de Adesão-Descalcificação, o grupo fosfato do MDP vai ligar-se ionicamente ao cálcio presente na HAp, levando à libertação dos iões cálcio e fosfato tal como o ácido dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*. Contribuindo desta forma para a formação de sais de cálcio-monómero que se dispõem numa estrutura em nanocamadas (Pallan et al., 2012).

Cada nanocamada é composta por duas moléculas de MDP apresentando no centro e nas extremidades o sal de cálcio. Enquanto que os grupos metacrilatos estão na direção dos sais, os grupos hidrogeno-fosfato do monómero estão orientados para fora desta associação. Destes monómeros apenas alguns permanecem ligados à HAp. Só depois ocorre a deposição limitada de fosfato de cálcio dihidratado, que resulta dos fosfatos libertados e da interação do cálcio que será facilmente dissolvido pelo etanol ou pela água. Forma-se o fosfato de cálcio dihidratado inicialmente com pH inferior a 4,0, que em comparação com a HAp, é mais estável. Depois da dissolução da HAp, o fosfato

de cálcio dihidratado torna-se menos estável do que a HAp devido ao aumento do pH (Pallan et al., 2012).

Quanto menos solúvel for o sal de cálcio que resulta do monómero ácido, mais intensa e hidroliticamente estável será a adesão molecular, de acordo com o conceito de Adesão-Descalcificação (Van Meerbeek, et al., 2011; Loguercio, et al., 2015).

A Kuraray Noritake Dental, Tóquio, Japão de modo a substituir o monómero de Fenil- P desenvolveu esta molécula de 10-MDP como sendo uma evolução do monómero (Van Meerbeek, et al., 2011).

## **4.2. Monómeros Base**

### **4.2.1. Bis-GMA**

O Bis-GMA foi introduzido por Bowen, em 1963, e desde aí tem sido o monómero mais utilizado na composição dos sistemas adesivos pela sua capacidade de difusão nos tecidos, bem como pelas suas boas propriedades físicas e mecânicas (Figura 1) (Bowen, 1963; Vasconcelos e Cruz et al., 2019).

Devido à elevada viscosidade do Bis-GMA, têm sido utilizados monómeros diluentes, como é o caso do TEGDMA para tornar o adesivo mais fluido. Por outro lado, alguns autores referem que esta diluição é responsável pelo aumento da contração de polimerização e diminuição da taxa de conversão do monómero (Peutzfeldt, 1997; Sideridou et al., 2002).

Outra questão controversa, prende-se com o potencial efeito citotóxico do Bis-GMA. Este monómero contém na sua composição o bisfenol-A (BPA) que tem sido considerado por muitos autores um composto tóxico com efeitos citotóxicos e atividade estrogénica em humanos podendo atuar como um disruptor endócrino (Chianese et al., 2018).

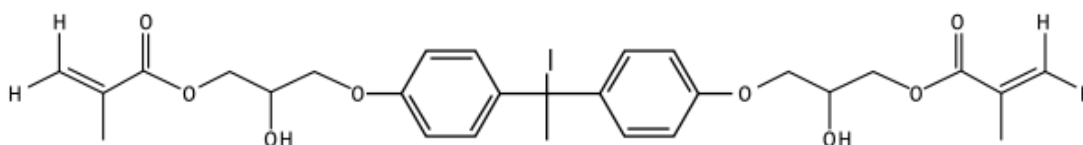
A utilização do Bis-GMA foi posta em dúvida uma vez que os materiais restauradores dentários cuja composição contém Bis-GMA foram reportados como tendo atividade estrogénica num ensaio de cultura de células em 1996. Estudos posteriores mostraram que o Bis-GMA não interfere diretamente na hidrólise do estrogénio, pelo que os seus efeitos continuam a ser controversos e carecem de mais investigação (Yuan et al., 2015).

Apesar de ainda controversos os efeitos do Bis-GMA nos materiais dentários, alguns estudos revelam que o Bis-GMA provoca dano no DNA. Schweikl et al. (2006), demonstrou, que se verificava a formação de micronúcleos *in vitro* após a exposição a elevadas concentrações deste monômero (Schweikl et al., 2006).

Verificou-se que também outros monómeros como TEGDMA e o HEMA apresentam efeitos citotóxicos em culturas de células de mamíferos. O TEGDMA provocava de forma dose-dependente após a exposição a estes monómeros, efeitos mutagênicos nestas células confirmados pela formação de micronúcleos. Tanto o TEGDMA como o HEMA após eletroforese, induzem a formação de quebras na cadeia de DNA comprovada pela observação do DNA de células únicas inseridas em agarose (Joskow et al., 2006; Kang et al., 2006; Schweikl et al., 2006; Bakopoulou et al., 2009; Kingman et al., 2012; Kloukos et al., 2013).

Para reduzir a exposição humana aos BPA, os fabricantes têm procurado substituir o Bis-GMA por monómeros de metacrilato alternativos que possam ser utilizados como monómeros base da composição das resinas e dos sistemas adesivos utilizados nas restaurações dentárias (Yuan et al., 2015).

Têm surgido várias alternativas no mercado de resinas compostas sem BPA mas no que diz respeito aos sistemas adesivos ainda não existem muitos que contenham este monômero (Yu et al., 2014; Vasconcelos e Cruz et al., 2019).



**Figura 1:** Estrutura química do Bis-GMA (Vasconcelos e Cruz et al., 2019).

#### 4.2.2. G-IEMA

O termo dendrímero foi proposto inicialmente por Tomalia et al., (1985), sendo escolhido devido à sua disposição estrutural. Os dendrímeros são distintos dos polímeros visto apresentarem uma estrutura tridimensional hiper-ramificada, um baixo índice de polidispersão e elevada possibilidade de funcionalização (Jang et al., 2009).

Com o avançar do conhecimento sobre as afinidades entre a composição e arquitetura dos dendrímeros com a sua biocompatibilidade, retenção, distribuição no organismo e eficácia terapêutica, é viável sintetizar dendrímeros ou sistemas derivados de dendrímeros com maior especificidade e funcionalidade (Beezer et al., 2003).

É possível introduzir características desejáveis nos dendrímeros através das unidades repetitivas que vão sendo adicionadas, uma vez que cada passo da síntese é independente. Incluindo as características de: regiões hidrofóbicas ou hidrofílicas, núcleos e revestimento diferentes, presença de grupos funcionais ou reativos, propriedades quelantes, condutividade elétrica, fotoatividade, divergência hemisférica, afinidade bioespecífica, ou a adição de pontos de clivagem em locais específicos do dendrímero (Janaszewska et al., 2019; Dias et al., 2020).

Com o objetivo de substituir o Bis-GMA e ao mesmo tempo melhorar as propriedades físico-químicas e mecânicas dos sistemas adesivos, alguns autores têm dedicado o seu estudo à introdução de dendrímeros como constituintes base deste tipo de materiais. Os autores defendem que o dendrímero G-IEMA, poderá ser um potencial substituto para os sistemas adesivos à base de Bis-GMA (Papakonstantinou et al., 2013).

A utilização de G-IEMA em substituição do Bis-GMA revelou, uma taxa de conversão mais eficaz, e não apresentou diferenças significativas relativamente às propriedades físico-químicas, como dupla taxa de conversão, absorção e solubilidade em água e contração de polimerização, indicando ser uma boa opção para a criação de materiais dentários sem Bis-GMA (Yu et al., 2015; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

Além disso, devido às características de polimerização do G-IEMA, que pode ocorrer em oito pontas simultaneamente, é concebível que a dupla taxa de conversão aumente enquanto a contração de polimerização possa diminuir. Um comportamento semelhante já foi analisado por Yu et al., (2015), para resinas à base de metacrilato. Essas propriedades são importantes para melhorar a fotopolimerização adesiva no interior do dente, com menor risco de falhas em comparação com um monômero linear, como o Bis-GMA (Yu et al., 2015; Vasconcelos e Cruz et al., 2019).

Tendo em conta alguns estudos, a utilização do monómero G-IEMA em materiais restauradores teve ótimos resultados, visto permitir-nos melhorar as condições físicas e mecânicas. Os macrómeros híper-ramificados são alternativas promissoras a serem utilizados em materiais dentários, devido às suas características de polimerização e principalmente por não possuírem bisfenol A na sua composição, podendo assim reduzir a toxicidade deste tipo de materiais (Figura 2) (Yu et al., 2015; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

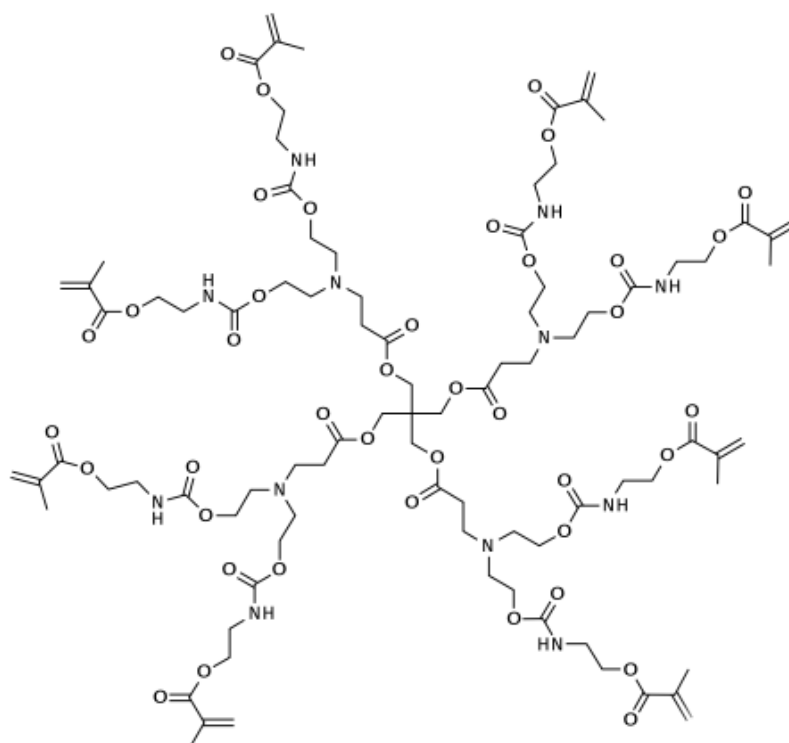


Figura 2 - Estrutura química do G-IEMA (Vasconcelos e Cruz et al., 2019).

## 5. Técnicas Laboratoriais para avaliação da resistência adesiva

Para a avaliação da resistência adesiva de um adesivo dentário podem ser utilizados os testes segundo forças de cisalhamento (*Shear bond strength test*) ou forças de tração (*Tensile bond strength test*) consoante a direção da força aplicada (Pashley et al., 1999; De Munck et al., 2005). Estes últimos, são considerados os mais indicados para observar a resistência da interface adesiva (Sano et al., 1994; Giannini et al., 2015).

Para melhor reproduzir o ambiente oral e as condições a que as restaurações são sujeitas podem ainda ser previamente utilizados métodos de envelhecimento das amostras, tais como o envelhecimento em tempo real através da estufa, o envelhecimento

térmico através da termociclagem, ou o envelhecimento mecânico através do *chewing simulator*.

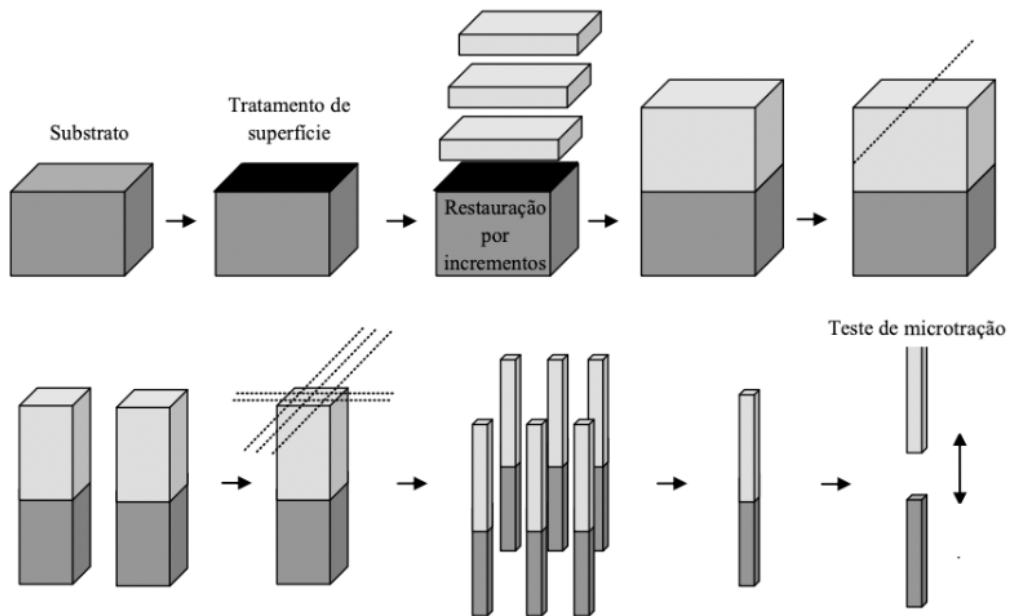
### **5.1. Testes de Microtração ( $\mu$ TBS)**

O teste de microtração ( $\mu$ TBS) foi introduzido em 1994, por Sano, et al. Desde então, tem sido utilizado em diversos laboratórios de teste de resistência entre interfaces, tornando-se atualmente um dos testes de resistência mais utilizado e versátil (Sano et al., 2020).

Embora seja um método estático e baseado em força, juntamente com as investigações morfológicas e espectroscópicas, tem contribuído substancialmente para o desenvolvimento dos sistemas adesivos. O teste  $\mu$ TBS tem uma capacidade discriminativa maior do que o teste tradicional de microcisalhamento, visto oferecer várias vantagens, como maior incidência de falhas adesivas, menos falhas coesivas, valores mais altos de resistência de união devido ao tamanho reduzido da amostra e testes de superfícies irregulares (Fornazari et al., 2020; Sano et al., 2020).

O teste de microtração, tem como objetivo testar as interfaces adesivas possibilitando uma diminuição acentuada do número de falhas da adesão e o estudo em várias localizações do dente. Deste modo, a execução de cortes perpendiculares entre si num dente previamente preparado, vai dar origem a palitos com uma secção transversal de  $1\pm 0,2\text{mm}^2$ . Estes palitos são obtidos a partir de um dente cortado por um disco diamantado e depois do corte, os palitos são posicionados e fixos com uma cola de cianoacrilato em suportes específicos, sendo colocados numa máquina de testes universal, onde são sujeitos a forças de tração, até ocorrer a sua fratura (Camargo, 2007).

As fraturas são classificadas em adesivas, coesivas, em esmalte ou dentina ou mistas. São fraturas adesivas, quando ocorrem na interface entre o esmalte e a resina composta, fraturas coesivas quando ocorrem internamente no substrato dentário ou na resina composta, e são fraturas mistas quando fraturam quer no esmalte quer na resina composta (Figura 3) (Kim et al., 2020).



**Figura 3** - Esquema representativo do procedimento de preparação dos espécimes e teste de microtração ( $\mu$ TBS), baseado em (Loomans et al., 2011).

Apesar dos resultados em relação à dentina serem promissores, a eficácia adesiva ao esmalte dentário com este tipo de sistemas adesivos não foi ainda estudada, sendo este o objetivo do presente estudo.



## II. OBJETIVOS

Avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração, de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e de sistemas adesivos universais com Bis-GMA, na vertente *etch-and-rinse*.

### 1. Hipóteses Experimentais

**H<sub>0</sub>**: Não se verificam diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte, por microtração, entre o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais estudados, na vertente *etch-and-rinse*.

**H<sub>1</sub>**: Verificam-se diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte, por microtração, entre o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais estudados, na vertente *etch-and-rinse*.



### **III. MATERIAIS E MÉTODOS**

Inicialmente o estudo foi submetido à Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz, tendo o mesmo sido aprovado (Anexo 1).

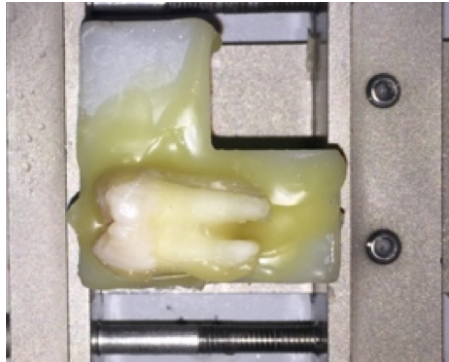
Foram utilizados 10 dentes molares humanos hígidos sem cáries, nem restaurações, extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos e armazenados por não mais de 6 meses, conforme a norma ISO 11405:2015, e cedidos pelo Banco de Dentes do Instituto Universitário Egas Moniz.

Antes de serem utilizados os dentes foram desinfetados em cloramina trihidratada a 1% durante 5 dias, sendo em seguida armazenados em água destilada a 4°C até à sua utilização (ISO 11405:2015).

Inicialmente, os dentes foram colocados em suportes de resina com recurso a cera colante (Sticky Wax, Kemdent, Wiltshire, Inglaterra), os dentes foram fixados nos dispositivos próprios e cortados num micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Denmark) (Figura 4) para a remoção das raízes. Posteriormente, os dentes foram divididos em 2 metades, preservando-se a face mesial e distal, num corte central perpendicular ao longo do eixo do dente e no sentido vestibulo-palatino/ vestibulo-lingual (Figura 5 e 6).



**Figura 4** - Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Denmark).



**Figura 5** - Fixação do dente no suporte com cera colante.



**Figura 6** - Corte central para dividir a parte mesial e distal.

Em seguida os dentes foram retirados do suporte e a câmara e os canais pulpares limpos com um escavador de dentina (Figura 7) e preenchidos com uma cola de cianoacrilato (Würth, Switzerland) (Figura 8) de forma a selar o espaço livre. Em seguida os espécimes foram polidos numa polidora (LaboForce-1, Struers, Denmark) (Figura 9) e refrigerados com água corrente durante 5/6 voltas com uma lixa de SiC de 600 grit, de modo a obter uma camada de esmalte homogênea e simultaneamente simular a *smear layer*.



**Figura 7** - Escavador de dentina.



**Figura 8** - Cola de cianoacrilato e ativador (Würth, Switzerland).



**Figura 9** - Polidora (LaboForce-1, Struers, Denmark).

Depois de cortados os espécimes foram distribuídos aleatoriamente em 4 grupos de  $n=5$ , sendo agrupados de acordo com o sistema adesivo utilizado. Para todos os grupos foi utilizado o protocolo *etch-and-rinse*: Grupo 1 - *Scotchbond Universal* (3M, ESPE, St. Paul, MN, USA); Grupo 2 - *Futurabond M+* (VOCO, Cuxhaven, Germany); Grupo 3 – EM1, sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA (Egas Moniz, Almada, Portugal); Grupo 4 - EM2, sistema adesivo universal experimental com G-IEMA (Egas Moniz, Almada, Portugal) (Tabela 1).

Depois do polimento, os espécimes foram distribuídos aleatoriamente pelos grupos, seguindo-se a aplicação dos sistemas adesivos (Figura 10, 11, 12 e 13) de acordo com as instruções do fabricante (Tabela 2).

**Tabela 1** - Composição, Lote, Validade e pH dos vários sistemas adesivos

Material	Composição	Lote	Validade	pH
Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	10-MDP; HEMA; Bis-GMA; etanol; TEGDMA; sílica tratada com silano; água; CQ	00108A	12/ 2021	2,81
Futurabond M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)	HEMA; Bis-GMA; etanol; monómero adesivo ácido; UDMA; ácidos silícicos pirogénicos	1946143	07/ 2021	2,07
EM1 (Adesivo Experimental com Bis-GMA)	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; água; etanol; CQ	-	-	2,02
EM2 (Adesivo Experimental sem Bis-GMA)	10-MDP; G-IEMA; HEMA; UDMA; TEDGMA; água, etanol, CQ	-	-	2,24



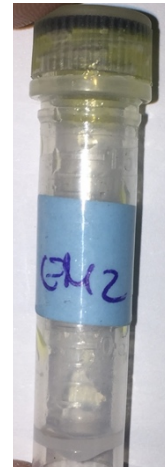
**Figura 10** - Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)



**Figura 11** - Futurabond M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)MN, USA)



**Figura 12** - EM1 (Sistema Adesivo Universal Experimental com Bis-GMA) (Egas Moniz, Almada, Portugal).



**Figura 13** - EM2 (Sistema Adesivo Universal Experimental com G-IEMA) (Egas Moniz, Almada, Portugal).

**Tabela 2** - Instruções da aplicação dos adesivos usados, segundo o fabricante, na vertente *etch-and-rinse*.

Aplicação do sistema adesivo, de acordo com o fabricante	
	<i>Etch-and-Rinse</i>
<p>Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Aplicar o ácido ortofosfórico Octacid (37%) (Clarben, Madrid, Espanha) durante 15s;</li> <li>2. Lavar com água e secar com ar;</li> <li>3. Aplicar o sistema adesivo na superfície do esmalte e deixar atuar 20s;</li> <li>4. Secar 5s;</li> <li>5. Fotopolimerizar 10s</li> </ol>
<p>Futurabond M+ (VOCO, Cuxhaven, Germany)</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Aplicar o ácido ortofosfórico Octacid (37%) (Clarben, Madrid, Espanha) durante 15s;</li> <li>2. Lavar com água e secar com ar;</li> <li>3. Aplicar o sistema adesivo na superfície do esmalte e deixar atuar 20s;</li> <li>4. Secar 5s;</li> <li>5. Fotopolimerizar 10s</li> </ol>
<p>EM1 (Adesivo Experimental com Bis-GMA)</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Aplicar o ácido ortofosfórico Octacid (37%) (Clarben, Madrid, Espanha) durante 15s;</li> <li>2. Lavar com água e secar com ar;</li> <li>3. Aplicar o sistema adesivo na superfície do esmalte esfregando durante 20s;</li> <li>4. Secar 5s;</li> <li>5. Fotopolimerizar 60s</li> </ol>
<p>EM2 (Adesivo Experimental com G-HEMA)</p>	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Aplicar o ácido ortofosfórico Octacid (37%) (Clarben, Madrid, Espanha) durante 15s;</li> <li>2. Lavar com água e secar com ar;</li> <li>3. Aplicar o sistema adesivo na superfície do esmalte esfregando durante 20s;</li> <li>4. Secar 5s;</li> <li>5. Fotopolimerizar 60s</li> </ol>

Após a aplicação dos sistemas adesivos segundo as instruções do fabricante (Tabela 2), foram adicionados incrementos de 2 mm de resina composta Schmidt composite nanohíbrido de cor A2 (MADESPA, Toledo, Espanha) (Figura 14), com uma espátula angulada (Figura 15) e fotopolimerizado cada incremento com um fotopolimerizador Elipar™ DeepCure-S (3M, St.Paul, MN, USA) (Figura 16) durante 40 segundos, com uma intensidade de 1450 mW/cm<sup>2</sup> até se obter 6-8 mm de altura. Esta

intensidade foi verificada a cada 15 utilizações com um radiómetro Demetron 100 (Danbury, CT, USA) (Figura 17). De forma a ser possível demonstrar independência na amostra, cada face dos espécimes foi pintada com 4 cores (azul, preto, verde e vermelho) (Figura 18).



**Figura 14** - Schmidt composite nanohíbrido (MADESPA, Toledo, Espanha).



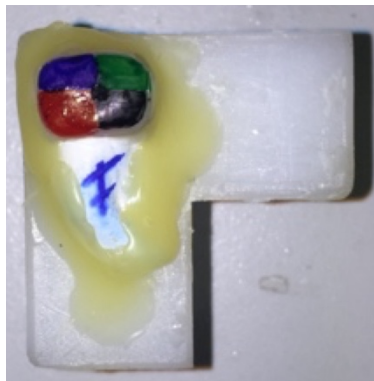
**Figura 15** - Espátula angulada.



**Figura 16** - EliparTM DeepCure-S (3M, St.Paul, MN, USA)



**Figura 17** - Radiômetro Demetron 100 (Danbury, CT, USA).



**Figura 18** - Divisão dos dentes em 4 quadrantes.

Finalmente, as amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C, durante 24h, numa estufa de incubação (Memmert INE 400, Memmert, Germany) (Figura 19).

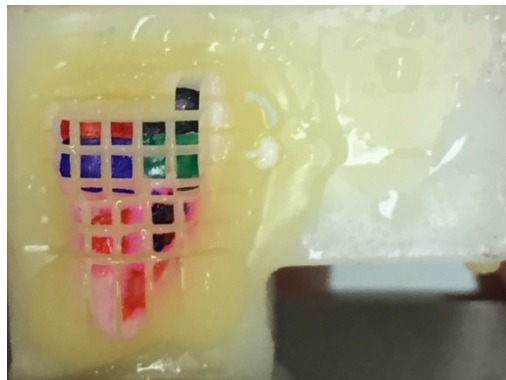


**Figura 19** - Estufa de incubação (Memmert INE 400, Memmert, Germany).

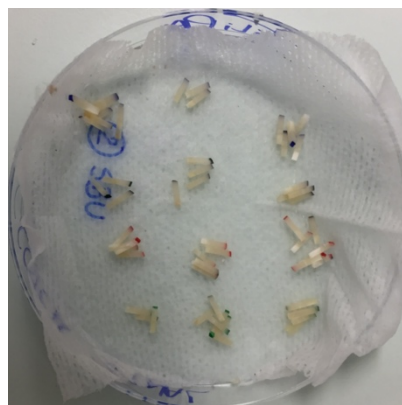
Passadas 24h, as amostras foram cortadas nas direções X e Y, num micrótomato de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca) (Figura 20 e 21), para se obterem palitos com  $1\pm 0,2$  mm<sup>2</sup> de secção (Figura 22).



**Figura 20** - Cortes efetuados na direção Y no micrótomato (Accutom-50, Struers, Denmark).



**Figura 21** - Cortes efetuados na direção X e Y no micrótomato (Accutom-50, Struers, Denmark).



**Figura 22** - Palitos obtidos no micrótomato (Accutom-50, Struers, Denmark).

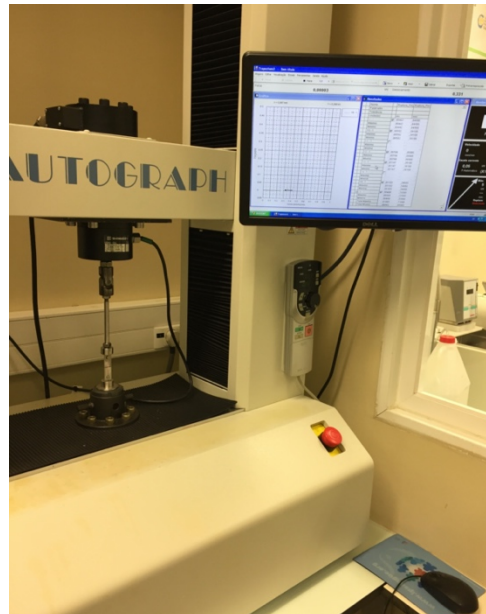
Em seguida, os palitos foram colocados individualmente num *jig* de aço inoxidável (Figura 23) com cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA) (Figura 24) sendo posteriormente submetidos a um teste de microtração numa máquina de testes universal equipada com uma célula de 5kN (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) (Figura 25) com uma força de tração de 0.5mm/min até ocorrer a fratura (Figura 26 e 27). As fraturas foram classificadas em fraturas adesivas (A), coesivas no esmalte (CE), coesiva na resina (CR) ou mistas (M) (Figura 28) e medidas com uma craveira digital (Insize Inc, Loganville GA, USA) (Figura 29).



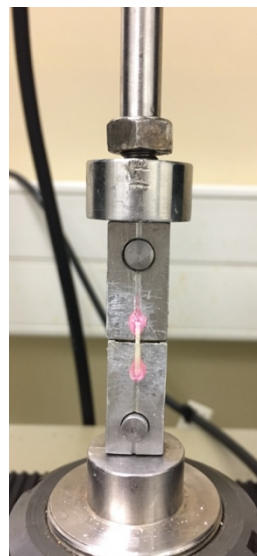
**Figura 23** - Palito colocado no jig com cola de cianoacrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA).



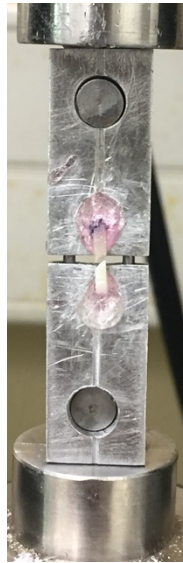
**Figura 24** - Cola de cianoacrilato e ativador (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA).



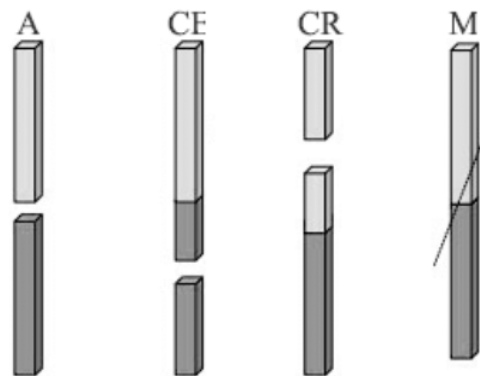
**Figura 25** - Máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan).



**Figura 26** - *Jig* colocado na máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan).



**Figura 27** - Jig colocado na máquina de testes universal após fratura do palito (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan).



**Figura 28** - Esquema representativo do tipo de fratura, baseado em (Loomans et al., 2011).

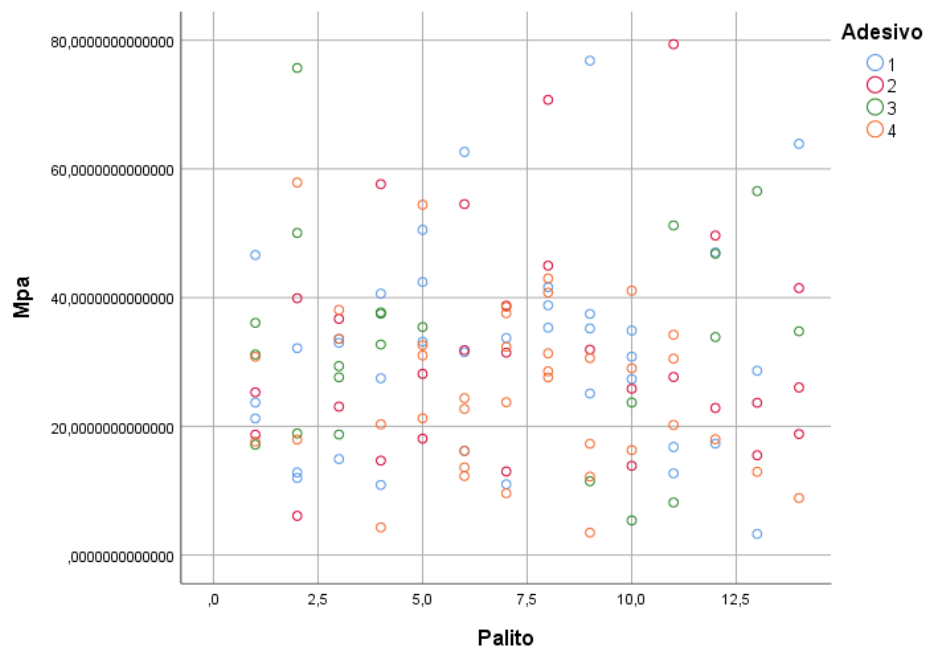


**Figura 29** - Craveira digital insize (Insize Inc, Loganville GA, USA).

#### IV. RESULTADOS

Compararam-se 4 adesivos para a força adesiva (MPa), com base em medições em palitos de esmalte obtidos na mesma unidade experimental (dente). Para controlo de correlações entre as medidas assim obtidas, assim como da heterogeneidade de variâncias, ajustou-se um modelo linear misto, com 1 fator independente (adesivo). Para identificar a melhor estrutura de dependência entre observações repetidas na mesma unidade experimental, representou-se no gráfico seguinte o valor de força (Gráfico 1). A dispersão dos valores observados de força, considerando até 13 palitos por dente, é compatível com uma estrutura de covariâncias homogéneas.

**Gráfico 1:** Dispersão dos valores de força observados por palitos e por grupo de tratamento.



Assim, os dados foram ajustados por recurso a várias matrizes de covariância homogénea (AR(1), Simetria Composta, Identidade e Toeplitz) e comparou-se a qualidade do ajustamento obtido com as diferentes matrizes, usando o critério de informação de *Akaike* (AIC) e o Critério Bayesiano de *Schwarz* (BIC).

**Tabela 3:** Informação sobre diversas estruturas de covariâncias.

<i>2 Restricted Log Likelihood</i>	1045,315
<i>Akaike's Information Criterion (AIC)</i>	1047,315
<i>Hurvich and Tsai's Criterion (AICC)</i>	1047,348
<i>Bozdogan's Criterion (CAIC)</i>	1051,136
<i>Schwarz's Bayesian Criterion (BIC)</i>	1050,136

De acordo com os critérios AIC e BIC, os valores mínimos são observados com a estrutura definida pela matriz Identidade, pelo que, com base nos testes aos efeitos do fator principal, se conclui não existirem diferenças significativas entre adesivos no que diz respeito aos valores da força adesiva ( $p = 0,237$ ) (Tabela 3).

Este é o resultado que seria obtido caso se tivesse aplicado o tradicional modelo ANOVA one-way, pressupondo a independência entre as observações de força em cada palito, pelo que se conclui que o atual procedimento experimental, que inclui a distribuição aleatória dos palitos de dentina obtidos num mesmo dente pelos diferentes grupos experimentais, é suficientemente robusto contra a potencial introdução de correlações entre essas observações (Tabela 4).

**Tabela 4:** Testes de efeito fixo tipo III.

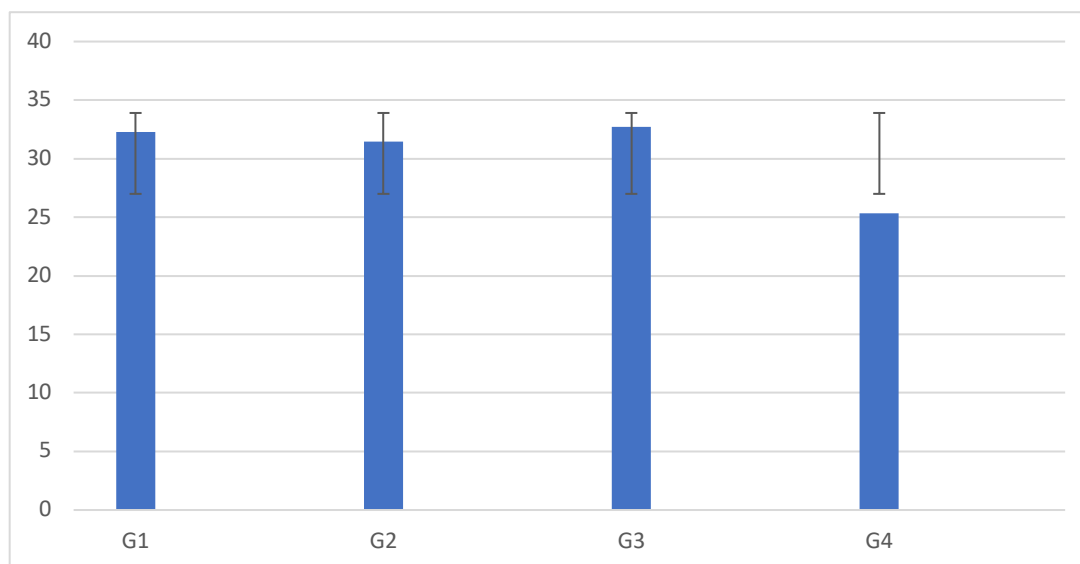
Fonte	Numerador df	Denominador df	F	Sig.
Interceção	1	124	470,904	,000
Adesivo	3	124,000	1,430	,237

Na tabela 5 e no gráfico 2 estão representados os valores em MPa dos grupos estudados.

**Tabela 5:** Média em MPa e Desvio Padrão das forças adesivas de microtração e número de amostras de cada grupo.

Adesivo	Média	Desvio Padrão	n
G1	32,29	19,79	37
G2	31,45	15,82	38
G3	32,73	16,73	22
G4	25,33	12,75	42

**Gráfico 2:** Média em MPa e Desvio Padrão das forças adesivas de microtração de cada grupo.





## V. DISCUSSÃO

Este trabalho de investigação foi desenvolvido segundo a norma ISO/TS 11405:2015 que descreve como devem ser efetuados os testes de adesão à estrutura dentária. A norma define os critérios de seleção dos dentes permanentes humanos hígidos, de indivíduos entre os 16 e os 40 anos, extraídos há não mais de 6 meses, o modo de armazenamento e desinfeção após extração, o tipo de lixa a ser utilizada para a preparação da superfície dentária e o procedimento para a realização do teste de microtração numa velocidade recomendada de  $0,75 \pm 0,30$  mm/min.

A resistência adesiva da restauração ao esmalte pode ser avaliada com recurso a macro ou micro-testes de resistência adesiva, dependendo da área de união a ser analisada. Para áreas adesivas maiores a  $3\text{mm}^2$  são utilizados os macro-testes de resistência adesiva que abrangem a tração (TBS), o cisalhamento (SBS), e protocolos *pushout*. Os micro-testes de resistência adesiva compreendem o microcisalhamento ( $\mu$ SBS), a microtração ( $\mu$ TBS) e testes de *micro-push-out* (Van Meerbeek et al., 2010; Sirisha et al., 2014).

No presente estudo foi utilizada a técnica introduzida por Sano et al., (1994) do teste de microtração, uma vez que amostras com dimensões inferiores apresentam uma probabilidade de defeitos menor, traduzindo-se em valores de resistência adesiva superiores, visto ser mais uniforme a distribuição da tensão uniforme (Sano et al., 1994; Bonifácio et al., 2012; Sirisha et al., 2014).

De modo a se obterem mais amostras com um menor número de dentes, estes foram cortados em palitos. Este procedimento é bastante frequente em testes de adesão, segundo a Teoria de Griffith que relaciona reduzidas áreas com elevados valores de tensão devido à sua menor área de fratura (Sano et al., 1994; Gallusi et al., 2009).

A força adesiva foi testada através do teste de microtração numa máquina de testes universal (Shimadzu AG-50kNI SD MS, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan) a uma velocidade de 0,5mm/min (Dantas et al., 2008; Manso et al., 2009).

O Bis-GMA tem sido um dos monómeros mais utilizados em adesivos dentários, devido às suas boas propriedades mecânicas, baixa volatilidade, baixa contração de

polimerização e capacidade de difusão nos tecidos. No entanto, esse monómero de metacrilato possui baixa conversão de dupla ligação e apresenta bisfenol A (BPA) na sua composição, sendo este um componente tóxico amplamente utilizado em materiais plásticos (Vasconcelos e Cruz et al., 2019).

Em relação ao pH, essa propriedade físico-química desempenha um papel muito importante, sobretudo em sistemas adesivos universais. É necessário um meio ácido para dissolver a *smear layer* e os *smear plugs*, e abrir caminho para a impregnação do adesivo, por outro lado, um meio ácido, muito forte, pode remover muito cálcio, o que conseqüentemente vai diminuir a sua capacidade de ligação com o 10-MDP. Perdigão et al., (2014), referiram que o pH ideal para os sistemas adesivos universais que contém 10-MDP é *mild* (pH $\approx$ 2), o que possibilita uma maior formação de sais de cálcio estáveis, melhorando consideravelmente a adesão (Perdigão & Swift, 2015; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

Os adesivos experimentais por nós utilizados neste estudo apresentam um pH  $\approx$ 2 *mild*, estando dentro da ordem de grandezas que vem de acordo ao que os autores recomendam.

A escolha do G-IEMA, como substituto do Bis-GMA, foi baseada devido à sua estrutura dendrítica, formando uma estrela de 8 pontas, ao contrário do Bis-GMA que tem uma estrutura linear, esperando-se que esse monómero contribua para uma melhor resistência adesiva. Além disso, devido às características de polimerização do G-IEMA, que pode ocorrer em oito pontas simultaneamente, é concebível que a conversão de dupla ligação aumente enquanto a contração de polimerização possa diminuir. Um comportamento semelhante já foi observado por Yu et al., 2014, para resinas à base de metacrilato. Essas propriedades são importantes para melhorar a polimerização adesiva no interior do dente, com um risco menor de falhas em comparação com um monómero linear, como o Bis-GMA, que polimeriza em apenas duas pontas (Yu et al., 2014; Vasconcelos e Cruz et al., 2019).

No presente estudo foi avaliada a resistência adesiva de dois adesivos experimentais, EM1 e EM2, e dois adesivos comerciais como controlo, o *Scotchbond Universal* e o *Futurabond M+*. Dos valores obtidos não se verificaram diferenças

significativas relativamente às forças adesivas por microtração ao esmalte, entre os adesivos experimentais e comerciais estudados.

A Hipótese nula é aceite.

Pelo facto de estarmos a estudar a resistência adesiva ao esmalte, não existem publicados muitos artigos sobre o comportamento dos adesivos comerciais neste substrato dentário, o que nos dificulta a discussão e comparação dos resultados obtidos.

No caso do sistema adesivo *Scotchbond Universal*, apenas foram encontrados 2 artigos, em que a resistência adesiva ao esmalte foi obtida por testes de microtração, e no sistema adesivo *Futurabond M+*, ainda não se encontra publicado nenhum estudo sobre a resistência adesiva ao esmalte utilizando a mesma metodologia, pelo facto dos adesivos terem sido introduzidos no mercado recentemente. Os poucos estudos encontrados procuram estudar a adesão à dentina e os protocolos utilizados são distintos.

Relativamente aos adesivos experimentais, pelo facto de terem sido desenvolvidos recentemente no Instituto Universitário Egas Moniz, este é o primeiro estudo efetuado sobre a eficácia adesiva quando aplicados no esmalte.

Como apenas foram encontrados 2 estudos de microtração ao esmalte, com o sistema adesivo *Scotchbond Universal*, procurou-se comparar com alguns artigos de microcisalhamento, ressaltando que os valores são ligeiramente diferentes, em comparação com a microtração.

Em 2014, Goes et al., num estudo em que foi avaliada a resistência adesiva ao esmalte do *Scotchbond Universal* com um protocolo, que apesar do tempo de condicionamento ácido ter sido de 30s, diferente dos nossos 15s, encontraram valores para a resistência adesiva do *Scotchbond Universal* semelhante aos nossos.

Segundo Vermelho et al., (2017), num estudo *in vitro* de adesão ao esmalte utilizando o adesivo *Scotchbond Universal*, e com um protocolo semelhante, demonstrou que a resistência adesiva, por microtração, era maior no esmalte, utilizando o protocolo *etch-and-rinse*. Verificaram que com a aplicação do ácido ortofosfórico, alcançaram melhores valores de resistência adesiva após 24h, e verificaram também, que utilizando

o protocolo *self-etch*, após 1 ano, os valores eram mais baixos que no protocolo *etch-and-rinse*, obtendo resultados semelhantes com os do nosso estudo.

Hirokane et al., (2020), através de um estudo onde testou a resistência adesiva ao esmalte de bovinos, por microcissalhamento, utilizando o sistema adesivo *Scotchbond Universal* na vertente *etch-and-rinse*, em contrapartida ao nosso onde foram utilizados dentes humanos e microtração, puderam observar que os valores obtidos também foram idênticos aos encontrados no nosso estudo.

Em 2014, Isolan et al., realizaram um estudo onde foram testados 4 substratos diferentes, o esmalte, a dentina, a porcelana e o compósito, com a utilização do sistema adesivo *Scotchbond Universal*, na vertente *etch-and-rinse* e com um protocolo semelhante ao que utilizamos, no esmalte. Para realizar os testes de resistência adesiva utilizou a técnica de microcissalhamento, onde obteve valores ligeiramente inferiores comparativamente aos nossos resultados.

Suzuki et al., (2016), com um protocolo semelhante ao nosso, onde utilizou 30 espécimes na vertente *etch-and-rinse*, ao esmalte, mas diferindo no método de avaliação da resistência adesiva, que foi através de testes de microcissalhamento, obteve resultados ligeiramente superiores, aquando da utilização do sistema adesivo *Scotchbond Universal*, em comparação com os que obtivemos.

Segundo Cuevas-Suárez, et al., (2019), após estudo de uma meta-análise, e uma revisão sistemática, demonstraram que os sistemas adesivos universais em esmalte, são melhores com o condicionamento ácido prévio. O desempenho de um sistema adesivo universal está associado ao seu pH, ao substrato onde o mesmo é utilizado e ao protocolo utilizado, *etch-and-rinse* ou *self-etch*. No esmalte, independentemente do pH que o adesivo contém, a força adesiva é maior quando é feito o condicionamento prévio do esmalte, ou seja, sob o protocolo *etch-and-rinse*. Desta forma, concluíram que a utilização do protocolo *selective enamel etching*, seguido da aplicação de um adesivo universal *mild*, aparenta ser a melhor opção para conseguir uma adesão melhor e mais duradoura ao esmalte (Cuevas-Suárez et al., 2019).

No estudo levado a cabo por Vasconcelos e Cruz et al., (2020) onde foi avaliada a eficácia adesiva à dentina dos adesivos experimentais EM1 e EM2, os resultados revelaram valores médios de resistência adesiva à dentina quando aplicado o protocolo

*etch-and-rinse* inferiores comparativamente com os valores obtidos neste estudo para o esmalte. Estes resultados vão ao encontro dos resultados publicados por Cuevas-Suárez et al., (2019) (Cuevas-Suárez et al., 2019; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).



## **VI. CONCLUSÃO**

Não existem diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte, por microtração, entre o Sistema Adesivo Universal Experimental sem Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais estudados.

Com estes resultados, podemos especular que o dendrímero G-IEMA possa ser promissor na composição base de sistemas adesivos universais sem Bis-GMA.

## **VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

Alex, G. (2015). Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry?

*Compendium of Continuing Education in Dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995), 36(1).*

Anchieta, R. B., Silveira Machado, L., Herman Sundfeld, R., Figueiredo Reis, A., Giannini, M., Luersen, M. A., Janal, M., Passos Rocha, E., & Coelho, P. G. (2015). Effect of partially demineralized dentin beneath the hybrid layer on dentin-adhesive interface micromechanics. *Journal of Biomechanics*, 48(4), 701–707. <https://doi.org/10.1016/j.jbiomech.2014.08.021>

Anusavice, K. J., Jadaan, O. M., & Esquivel-Upshaw, J. F. (2013). Time-dependent fracture probability of bilayer, lithium-disilicate-based, glass–ceramic, molar crowns as a function of core/veneer thickness ratio and load orientation. *Dental Materials*, 29(11), 1132-1138.

Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength ( $\mu$ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>

Bakopoulou, A., Papadopoulos, T., & Garefis, P. (2009). Molecular toxicology of substances released from resin-based dental restorative materials. *International Journal of Molecular Sciences*, 10(9), 3861–3899. <https://doi.org/10.3390/ijms10093861>

Beezer, A. E., King, A. S. H., Martin, I. K., Mitchel, J. C., Twyman, L. J., & Wain, C. F. (2003). Dendrimers as potential drug carriers; encapsulation of acidic hydrophobes within water soluble PAMAM derivatives. *Tetrahedron*, 59(22), 3873–3880. [https://doi.org/10.1016/S0040-4020\(03\)00437-X](https://doi.org/10.1016/S0040-4020(03)00437-X)

Beltrami, R., Chiesa, M., Scribante, A., Allegretti, J., & Poggio, C. (2016). Comparison of shear bond strength of universal adhesives on etched and nonetched enamel. *Journal of Applied Biomaterials and Functional Materials*, 14(1), e78–e83. <https://doi.org/10.5301/jabfm.5000261>

- Boncuk, Y., Çehreli, Z. C., & Polat-Özsoy, Ö. (2014). Effects of different orthodontic adhesives and resin removal techniques on enamel color alteration. *Angle Orthodontist*, 84(4), 634–641. <https://doi.org/10.2319/060613-433.1>
- Bonifácio, C. C., Shimaoka, A. M., de Andrade, A. P., Raggio, D. P., van Amerongen, W. E., & de Carvalho, R. C. R. (2012). Micro-mechanical bond strength tests for the assessment of the adhesion of GIC to dentine. *Acta Odontologica Scandinavica*, 70(6), 555-563.
- Bowen, R. L. (1963). Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *The Journal of the American Dental Association*, 66(1), 57-64.
- 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.
- Camargo, M. A. (2007). Ensaio de microtração : uma revisão crítica da literatura Microtensile bond test : a literature overview. *Rev.Inst. Ciênc. Saúde*, 25(3), 313–318.
- Cardenas, A. M., Siqueira, F., Rocha, J., Szesz, A. L., Anwar, M., El-Askary, F., Reis, A., & Loguercio, A. (2016). Influence of conditioning time of universal adhesives on adhesive properties and enamel-etching pattern. *Operative Dentistry*, 41(5), 481–490. <https://doi.org/10.2341/15-213-L>
- Cardoso, M. V., De Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian Dental Journal*, 56(SUPPL. 1), 31–44. <https://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x>
- Carvalho, R. M., Manso, A. P., Geraldeli, S., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2012). Durability of bonds and clinical success of adhesive restorations. *Dental Materials*, 28(1), 72–86. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.09.011>

- Chianese, R., Troisi, J., Richards, S., Scafuro, M., Fasano, S., Guida, M., ... & Meccariello, R. (2018). Bisphenol A in reproduction: epigenetic effects. *Current medicinal chemistry*, 25(6), 748-770.
- Cuevas-Suárez, C. E., da Rosa, W. L. de O., Lund, R. G., da Silva, A. F., & Piva, E. (2019a). 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>
- Cuevas-Suárez, C. E., da Rosa, W. L. de O., Lund, R. G., da Silva, A. F., & Piva, E. (2019b). 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>
- Cuevas-Suárez, C. E., de Oliveira da Rosa, W. L., Vitti, R. P., da Silva, A. F., & Piva, E. (2020). Bonding Strength of Universal Adhesives to Indirect Substrates: A Meta-Analysis of in Vitro Studies. *Journal of Prosthodontics*, 29(4), 298–308. <https://doi.org/10.1111/jopr.13147>
- Cuevas-Suárez, C. E., Ramos, T. S., Rodrigues, S. B., Collares, F. M., Zanchi, C. H., Lund, R. G., da Silva, A. F., & Piva, E. (2019). Impact of shelf-life simulation on bonding performance of universal adhesive systems. *Dental Materials*, 35(9), e204–e219. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.05.023>
- Dalli, M., Ercan, E., Ince, B., Sahbaz, C., Atakul, F., Bahsi, E., & Çolak, H. (2013). A comparison of the levels of microleakage of five adhesive systems. *Journal of Restorative Dentistry*, 1(2), 66. <https://doi.org/10.4103/mpwk-0017.116038>
- Dantas, D. C. R. E., Ribeiro, A. I. A. M., Lima, L. H. M. D. A., Lima, M. G. D., Guênes, G. M. T., Braz, A. K. S., & Braz, R. (2008). Influence of water storage time on the bond strength of etch-and-rinse and self-etching adhesive systems. *Brazilian dental journal*, 19(3), 219-223.

- De Munck, J. D., 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*(2), 118-132.
- Dias, A. P., da Silva Santos, S., da Silva, J. V., Parise-Filho, R., Igne Ferreira, E., Seoud, O. El, & Giarolla, J. (2020). Dendrimers in the context of nanomedicine. *International Journal of Pharmaceutics*, *573*, 118814. <https://doi.org/10.1016/j.ijpharm.2019.118814>
- Erickson, R. L. (1992). Surface interactions of dentine adhesive materials. *Oper Dent*, *5*, 81-94.
- Fornazari, I. A., Brum, R. T., Rached, R. N., & de Souza, E. M. (2020). Reliability and correlation between microshear and microtensile bond strength tests of composite repairs. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, *103*(October 2019), 103607. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2019.103607>
- Freeman, R., Varanasi, S., Meyers, I. A., & Symons, A. L. (2012). Effect of air abrasion and thermocycling on resin adaptation and shear bond strength to dentin for an etch-and-rinse and self-etch resin adhesive. *Dental Materials Journal*, *31*(2), 180–188. <https://doi.org/10.4012/dmj.2011-146>
- Gallusi, G., Galeano, P., Libonati, A., Giuca, M. R., & Campanella, V. (2009). Evaluation of bond strength of different adhesive systems: Shear and Microtensile Bond Strength Test. *Oral & implantology*, *2*(4), 19.
- Giannini, M., Makishi, P., Ayres, A. P. A., Vermelho, P. M., Fronza, B. M., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). Self-Etch adhesive systems: A literature review. *Brazilian Dental Journal*, *26*(1), 3–10. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201302442>
- Goes, M. F., Shinohara, M. S., & Freitas, M. S. (2014). Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs non-etched enamel on bond strength and interfacial morphology. *Journal of Adhesive Dentistry*, *16*(3), 243–250. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a32033>

- Hirokane, E., Takamizawa, T., Kasahara, Y., Ishii, R., Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2020). Effect of double-layer application on the early enamel bond strength of universal adhesives. *Clinical Oral Investigations*. <https://doi.org/10.1007/s00784-020-03379-1>
- Imai, A., Takamizawa, T., Sai, K., Tsujimoto, A., Nojiri, K., Endo, H., Barkmeier, W. W., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2017). Influence of application method on surface free-energy and bond strength of universal adhesive systems to enamel. *European Journal of Oral Sciences*, *125*(5), 385–395. <https://doi.org/10.1111/eos.12361>
- ISO/TS 11405:2015. Dentistry - Testing of adhesion to tooth structure. (2015)
- Isolan, C. P., Valente, L. L., Münchow, E. A., Basso, G. R., Pimentel, A. H., Schwantz, J. K., da Silva, A. V., & Moraes, R. R. (2014). Bond strength of a universal bonding agent and other contemporary dental adhesives applied on enamel, dentin, composite, and porcelain. *Applied Adhesion Science*, *2*(1), 1–10. <https://doi.org/10.1186/s40563-014-0025-x>
- Janaszewska, A., Lazniewska, J., Trzypiński, P., Marcinkowska, M., & Klajnert-Maculewicz, B. (2019). Cytotoxicity of dendrimers. *Biomolecules*, *9*(8), 1–23. <https://doi.org/10.3390/biom9080330>
- Jang, W. D., Kamruzzaman Selim, K. M., Lee, C. H., & Kang, I. K. (2009). Bioinspired application of dendrimers: From bio-mimicry to biomedical applications. *Progress in Polymer Science (Oxford)*, *34*(1), 1–23. <https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2008.08.003>
- Joskow, R., Barr, D. B., Barr, J. R., Calafat, A. M., Needham, L. L., & Rubin, C. (2006). Exposure to bisphenol A from bis-glycidyl dimethacrylate-based dental sealants. *Journal of the American Dental Association*, *137*(3), 353–362. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2006.0185>

- Kang, J. H., Kondo, F., & Katayama, Y. (2006). Human exposure to bisphenol A. *Toxicology*, 226(2–3), 79–89. <https://doi.org/10.1016/j.tox.2006.06.009>
- Kim, B. N., Son, S. A., & Park, J. K. (2020). Effect of exclusive primer and adhesive on microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin. *Materials*, 13(10). <https://doi.org/10.3390/ma13102353>
- Kingman, A., Hyman, J., Masten, S. A., Jayaram, B., Smith, C., Eichmiller, F., Arnold, M. C., Wong, P. A., Schaeffer, J. M., Solanki, S., & Dunn, W. J. (2012). Bisphenol A and other compounds in human saliva and urine associated with the placement of composite restorations. *Journal of the American Dental Association*, 143(12), 1292–1302. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2012.0090>
- Kloukos, D., Pandis, N., & Eliades, T. (2013). Bisphenol-A and residual monomer leaching from orthodontic adhesive resins and polycarbonate brackets: A systematic review. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics*, 143(4 SUPPL), S104-S112.e2. <https://doi.org/10.1016/j.ajodo.2012.11.015>
- Kusumasari, C., Abdou, A., Tichy, A., Hatayama, T., Hosaka, K., Foxton, R. M., Wada, T., Sumi, Y., Nakajima, M., & Tagami, J. (2020). Effect of smear layer deproteinization with chemo-mechanical caries removal agents on sealing performances of self-etch adhesives. *Journal of Dentistry*, 94(December 2019), 103300. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2020.103300>
- Loguercio, A. D., De Paula, E. A., Hass, V., Luque-Martinez, I., Reis, A., & Perdigão, J. (2015). A new universal simplified adhesive: 36-month randomized double-blind clinical trial. *Journal of Dentistry*, 43(9), 1083-1092.
- Loomans, B. A. C., Cardoso, M. V., Opdam, N. J. M., Roeters, F. J. M., De Munck, J., Huysmans, M. C. D. N. J. M., & Van Meerbeek, B. (2011). Surface roughness of etched composite resin in light of composite repair. *Journal of dentistry*, 39(7), 499-505.

- Lung, C. Y. K., Sarfraz, Z., Habib, A., Khan, A. S., & Matinlinna, J. P. (2016). Effect of silanization of hydroxyapatite fillers on physical and mechanical properties of a bis-GMA based resin composite. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 54, 283–294. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.09.033>
- Manso, A. P., Bedran-Russo, A. K., Suh, B., Pashley, D. H., & Carvalho, R. M. (2009). Mechanical stability of adhesives under water storage. *Dental Materials*, 25(6), 744–749.
- Mazzoni, A., Tjäderhane, L., Checchi, V., Di Lenarda, R., Salo, T., Tay, F. R., Pashley, D. H., & Breschi, L. (2015). Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *Journal of Dental Research*, 94(2), 241–251. <https://doi.org/10.1177/0022034514562833>
- Mclean, D. E., Meyers, E. J., Guillory, V. L., & Vandewalle, K. S. (2015). Enamel bond strength of new universal adhesive bonding agents. *Operative Dentistry*, 40(4), 410–417. <https://doi.org/10.2341/13-287-L>
- Montagner, a F., Sarkis-Onofre, R., Pereira-Cenci, T., & Cenci, M. S. (2014). MMP Inhibitors on Dentin Stability: A Systematic Review and Meta-analysis. *Journal of Dental Research*, 93(8), 733–743. <https://doi.org/10.1177/0022034514538046>
- 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>
- Özcan, M., Dündar, M., & Erhan Çömlekoğlu, M. (2012). Adhesion concepts in dentistry: Tooth and material aspects. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 26(24), 2661–2681. <https://doi.org/10.1080/01694243.2012.691038>
- Pallan, S., Araujo, M. V. F., Cilli, R., & Prakki, A. (2012). Mechanical properties and characteristics of developmental copolymers incorporating catechin or chlorhexidine. *Dental Materials*, 28(6), 687–694.

- 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.
- Pashley, D. H., Carvalho, R. M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y., ... & Tay, F. (1999). The microtensile bond test: A review. *Journal of Adhesive Dentistry*, 1(4).
- Pashley, D. H., Stewart, F. P., & Galloway, S. E. (1984). Effects of air-drying in vitro on human dentine permeability. *Archives of Oral Biology*, 29(5), 379–383. [https://doi.org/10.1016/0003-9969\(84\)90164-X](https://doi.org/10.1016/0003-9969(84)90164-X)
- Perdigão J., Kose C., Mena-Serrano A. P., De Paula E. A., Tay L. Y., Reis A., L. A. D. (2014). A New Universal Simplified Adhesive : 18-Month Clinical Evaluation A New Universal Simplified Adhesive : 18-Month Clinical Evaluation. *Operative Dentistry*, 39(2), 113–127. <https://doi.org/10.2341/13-045-C>
- Perdigão, J, Muñoz, M., Sezinando, A., Luque-Martinez, I., Staichak, R., Reis, A., & Loguercio, A. (2014). Immediate Adhesive Properties to Dentin and Enamel of a Universal Adhesive Associated With a Hydrophobic Resin Coat. *Operative Dentistry*, 39(5), 489–499. <https://doi.org/10.2341/13-203-LR>
- Perdigão, J., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2013). Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 25(4), 219-241.
- Perdigão, J, Van Meerbeek, B., Lopes, M. ., & Ambrose, W. . (1999). The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dental Materials*, 15(4), 282–295. [https://doi.org/10.1016/S0109-5641\(99\)00049-4](https://doi.org/10.1016/S0109-5641(99)00049-4)
- Perdigão, Jorge, & Swift, E. J. (2015). Universal Adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(6), 331–334. <https://doi.org/10.1111/jerd.12185>
- Peutzfeldt, A. (1997). Resin composites in dentistry: The monomer systems. *European*

*Journal of Oral Sciences*, 105(2), 97–116. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.1997.tb00188.x>

Pouyanfar, H., Seyed Tabaii, E., Aghazadeh, S., Tabatabaei Navaei Nobari, S. P., & Imani, M. M. (2018). Microtensile bond strength of composite to enamel using universal adhesive with/without acid etching compared to etch and rinse and self-etch bonding agents. *Open Access Macedonian Journal of Medical Sciences*, 6(11), 2186–2192. <https://doi.org/10.3889/oamjms.2018.427>

Rizvi, A., Zafar, M. S., Al-Wasifi, Y., Fareed, W., & Khurshid, Z. (2016). Role of enamel demineralization and remineralization on microtensile bond strength of resin composite. *European Journal of Dentistry*, 10(3), 376–380. <https://doi.org/10.4103/1305-7456.184167>

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>

Sano, H., Shono, T., Sonoda, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Carvalho, R., & Pashley, D. H. (1994). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength—evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental Materials*, 10(4), 236-240.

Schweickl, H., Spagnuolo, G., & Schmalz, G. (2006). Genetic and cellular toxicology of dental resin monomers. *Journal of dental research*, 85(10), 870-877.

Shibata, S., Vieira, L. C. C., Baratieri, L. N., Fu, J., Hoshika, S., Matsuda, Y., & Sano, H. (2016). Evaluation of microtensile bond strength of self-etching adhesives on normal and caries-affected dentin. *Dental Materials Journal*, 35(2), 166–173. <https://doi.org/10.4012/dmj.2014-330>

- Sideridou, I., Tserki, V., & Papanastasiou, G. (2002). Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*, *23*(8), 1819-1829.
- Sirisha, K., Rambabu, T., Ravishankar, Y., & Ravikumar, P. (2014). Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *Journal of conservative dentistry: JCD*, *17*(5), 420.
- Stape, T. H. S., Tjäderhane, L., Abuna, G., Sinhoreti, M. A. C., Martins, L. R. M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2018). Optimization of the etch-and-rinse technique: New perspectives to improve resin–dentin bonding and hybrid layer integrity by reducing residual water using dimethyl sulfoxide pretreatments. *Dental Materials*, *34*(7), 967–977. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.010>
- Suzuki, T., Takamizawa, T., Barkmeier, W. W., Tsujimoto, A., Endo, H., Erickson, R. L., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2016). Influence of etching mode on enamel bond durability of universal adhesive systems. *Operative Dentistry*, *41*(5), 520–530. <https://doi.org/10.2341/15-347-L>
- Svenson, S., & Tomalia, D. A. (2005). Dendrimers in biomedical applications - Reflections on the field. *Advanced Drug Delivery Reviews*, *57*(15), 2106–2129. <https://doi.org/10.1016/j.addr.2005.09.018>
- Takamizawa, T., Barkmeier, W. W., Tsujimoto, A., Berry, T. P., Watanabe, H., Erickson, R. L., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2016). Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. *Dental Materials*, *32*(2), e9–e21. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.11.005>
- Thanaratikul, B., Santiwong, B., & Harnirattisai, C. (2016). Self-etch or etch-and-rinse mode did not affect the microshear bond strength of a universal adhesive to primary dentin. *Dental Materials Journal*, *35*(2), 174–179. <https://doi.org/10.4012/dmj.2015-109>

- Ting, S., Chowdhury, A. F. M. A., Pan, F., Fu, J., Sun, J., Kakuda, S., Hoshika, S., Matsuda, Y., Ikeda, T., Nakaoki, Y., Abe, S., Yoshida, Y., & Sano, H. (2015). Effect of remaining dentin thickness on microtensile bond strength of current adhesive systems. *Dental Materials Journal*, 34(2), 181–188. <https://doi.org/10.4012/dmj.2014-130>
- Tomalia, D. A., Baker, H., Dewald, J., Hall, M., Kallos, G., Martin, S., Roeck, J., Ryder, J., & Smith, P. (1985). A New Class of Polymers : Starburst-Dendritic. *Polymer Journal*, 17(1), 117–132.
- Van Meerbeek, B., Perdigao, J., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (1998). The clinical performance of adhesives. *Journal of dentistry*, 26(1), 1-20.
- 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., 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>
- Van Meerbeek, Bart, De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*, 28(3), 215–235.
- Van Meerbeek, Bart, 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>

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), 461. <https://doi.org/10.3390/polym12020461>

Vermelho, P. M., Reis, A. F., Ambrosano, G. M. B., & Giannini, M. (2017). Adhesion of multimode adhesives to enamel and dentin after one year of water storage. *Clinical oral investigations*, 21(5), 1707-1715.

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>

Yoshida, A. C., & Gomes, C. (2020). FATORES QUE INTERFEREM NO SUCESSO DE RESTAURAÇÕES DE RESINA COMPOSTA EM DENTES DECÍDUOS. *Cadernos de Odontologia do UNIFESO*, 1(2).

Yoshida, Y., Nagakane, K., Fukuda, R., Nakayama, Y., Okazaki, M., Shintani, H., ... & Van Meerbeek, B. (2004). Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *Journal of dental research*, 83(6), 454-458.

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>
- Yuan, S., Liu, F., & He, J. (2015). Preparation and Characterization of Low Polymerization Shrinkage and Bis-GMA-Free Dental Resin System. *Advances in Polymer Technology*, 34(3), 1–5. <https://doi.org/10.1002/adv.21503>



## VIII. ANEXOS

**Anexo 1:** Comprovativo da aceitação pela Comissão de Ética do Instituto Universitário Egas Moniz.

<u>Comissão de Ética EGAS MONIZ</u>	
<b>Proc. Interno nº 830</b>	
Ex.mo Senhor <b>Miguel José Pereira Alves</b>	
Monte de Caparica, 16 de janeiro de 2020	
Ex.mo Senhor,	
Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado <b>“Resistência adesiva ao esmalte de um Sistema Adesivo Universal Experimental sem Bis-GMA, na vertente etch-and-rinse”</b> , foi aprovado por unanimidade.	
Com os melhores cumprimentos,	
A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz	
	
Prof.ª Doutora Maria Fernanda de Mesquita	
EGAS MONIZ – COOPERATIVA DE ENSINO SUPERIOR, CRL Campus Universitário – Quinta da Granja – Monte de Caparica 2829-511 Caparica	