



INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

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

Trabalho submetido por
Filipa Branco da Silva
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 *SELF-ETCH***

Trabalho submetido por
Filipa Branco da Silva
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutora Ana Mano Azul

setembro de 2020

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer à minha orientadora, Prof. Doutora Ana Azul, não só pelo apoio que me transmitiu ao longo da realização deste trabalho, mas também por ser uma inspiração, pela partilha constante de conhecimento e boa disposição.

Ao Prof. Doutor Mário Polido e à Mestre Joana Cruz, por toda a ajuda e disponibilização dos materiais necessários.

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

À VOCO, pela prontidão na disponibilização do material solicitado.

À Mestre Sónia Silvério, pela oportunidade que me deu como monitora de Reabilitação Oral na vertente de Prótese Fixa, por toda a partilha ao longo destes dois anos, pela confiança e alegria constante.

Ao Instituto Universitário Egas Moniz, que será para sempre um sítio onde me vou sentir em casa. Por toda a aprendizagem profissional e pessoal.

Ao Coro Académico Egas Moniz, por me ajudar a desanuviar a cabeça.

Aos meus pais, por tudo o que me permitiram alcançar. Aos meus queridos avós e restante família, são os melhores.

Ao meu namorado Fred, companheiro de curso e de vida, obrigada por seres a minha base, uma das minhas maiores inspirações, por me fazeres ser melhor e acreditares em mim.

Ao meu querido amigo e parceiro de box, Patrick, sem ti não seria a mesma coisa.

Ao Miguel, pelo companheirismo e trabalho em equipa com que fizemos todo o trabalho laboratorial.

Às minhas queridas amigas de sempre.

A todos os que me acompanharam ao longo desta jornada.

RESUMO

Objetivo: Avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração (μ TBS), de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, comparativamente a outros sistemas adesivos universais com Bis-GMA, na vertente *self-etch*.

Materiais e Métodos: 10 molares humanos hígidos foram seccionados longitudinalmente e aleatoriamente distribuídos por 4 grupos experimentais, obtendo 5 espécimes por grupo (n=5): (1) Futurabond[®] M+ (VOCO); (2) Scotchbond[™] Universal (3M ESPE); (3) Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA; (4) Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA.

Para a construção dos blocos de resina foram utilizadas as faces mesiais e distais de cada dente. A *smear layer* no esmalte foi padronizada através do polimento da superfície com papel abrasivo de SiC de 600 grit e foi aplicado o sistema adesivo selecionado para cada grupo, pela técnica *self-etch*, de acordo com as instruções do fabricante. Seguiu-se a restauração com resina composta Maxima[®] Natural Elegance (Henry Schein) em incrementos de 2 mm, até 6 mm de altura.

Os espécimes foram armazenados em água destilada numa estufa a 37°C, durante 24 horas, tempo após o qual foram seccionados em palitos de 1 mm². Os palitos viáveis obtidos foram submetidos a um teste de microtração, a uma velocidade de 0,5 mm/min até à sua fratura, numa máquina de testes universal. Foram registados os valores da força aplicada no momento da fratura, de forma a determinar a resistência adesiva em MPa. As fraturas foram classificadas em adesivas, coesivas e mistas.

A análise estatística foi efetuada através do programa SPSS, com recurso a um modelo linear misto ($p \leq 0,05$).

Resultados: Não se verificaram diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva entre o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e os restantes sistemas adesivos universais com Bis-GMA estudados.

Conclusões: Ainda que este estudo apresente limitações, o comportamento do sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA revela-se promissor e deve ser alvo de futuras investigações.

Palavras-chave: microtração, sistema adesivo universal, esmalte, Bis-GMA *free*.

ABSTRACT

Purpose: To assess microtensile bond strength (μ TBS) to enamel of an experimental universal adhesive system without Bis-GMA compared to other universal adhesive systems with Bis-GMA, in the self-etch approach.

Materials and Methods: 10 caries-free human molars were sectioned longitudinally and then were randomly assigned to 4 experimental groups, obtaining 5 specimens per group (n=5): (1) Futurabond[®] M+ (VOCO); (2) Scotchbond[™] Universal (3M ESPE); (3) Universal adhesive system with Bis-GMA; (4) Universal adhesive system without Bis-GMA.

Mesial and distal surfaces of each tooth were used for resin build-ups. The smear layer was simulated in the enamel by polishing with a 600 grit SiC abrasive paper. Then, the adhesive system selected for each group was applied, in the self-etch approach, according to the manufacturer's instructions. After the adhesive protocols, teeth were restored with Maxima[®] Natural Elegance resin (Henry Schein), with 2 mm increments, in order to obtain a 6 mm thick restoration.

Specimens were stored in distilled water at 37°C for 24 hours and then sectioned into 1 mm² beams. The viable beams obtained were submitted to μ TBS testing at a crosshead speed of 0,5 mm/min in a universal testing machine. The values of strength were registered as the beams fractured, and then converted into adhesive resistance values in MPa. The failures were classified in adhesive, cohesive and mixed.

The statistical analysis was accomplished through SPSS program, using a mixed linear model ($p \leq 0,05$).

Results: There are no significant differences in μ TBS values between the universal adhesive system without Bis-GMA and the other universal adhesive systems studied containing Bis-GMA.

Conclusions: Even though this study has some limitations, the adhesive performance of Bis-GMA free formulations is promising and should be further investigated.

Keywords: microtensile bond strength, universal adhesive system, enamel, Bis-GMA free.

ÍNDICE GERAL

I. INTRODUÇÃO.....	13
1.1. Composição e Estrutura do Esmalte e Dentina	13
1.1.1 Esmalte	13
1.1.2 Dentina	14
1.2. Adesão e Sistemas Adesivos	15
1.2.1. Sistemas Adesivos <i>Etch-and-Rinse</i>	17
1.2.2. Sistemas Adesivos <i>Self-Etch</i>	20
1.2.3. Sistemas Adesivos Universais	23
1.3. Bis-GMA.....	25
1.3.1 Bis-GMA <i>free materials</i>	26
1.4. Avaliação da Resistência Adesiva.....	28
1.4.1. Norma ISO/TS 11405:2015.....	28
1.4.2. Teste de Microtração	28
II. OBJETIVOS	31
2.1. Hipóteses de Estudo.....	31
III. MATERIAIS E MÉTODOS.....	33
3.1. Considerações Éticas	33
3.2. Amostra de Estudo.....	33
3.3. Materiais.....	34
3.4. Preparação da Amostra	36
3.5. Teste de Microtração	39
3.6. Análise Estatística.....	41
IV. RESULTADOS	43
V. DISCUSSÃO	47
VI. CONCLUSÕES	55
6.1. Relevância Clínica	55
6.2. Perspetivas Futuras	56
VII. BIBLIOGRAFIA.....	57

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 – Classificação dos sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i>	18
Figura 2 – Classificação dos sistemas adesivos <i>self-etch</i>	21
Figura 3 – Técnicas de utilização dos sistemas adesivos universais	23
Figura 4 – Estrutura química do G-IEMA (Adaptado de Vasconcelos e Cruz et al., 2019)	28
Figura 5 – Estrutura química do Bis-GMA (Adaptado de Vasconcelos e Cruz et al., 2019)	28
Figura 6 – Imagem ilustrativa da amostra.....	33
Figura 7 – 1- Micrótomo de tecidos duros (Accuntom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark); 2- Dente fixo ao suporte acrílico e alinhado para corte; 3- Dente seccionado em metades idênticas	36
Figura 8 – 1- Remoção do tecido pulpar; 2- Selamento da câmara pulpar	36
Figura 9 – 1- Máquina Polidora (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark); 2- Simulação da <i>smear layer</i> no esmalte.....	37
Figura 10 – Protocolo de preparação ilustrativo dos diferentes grupos: 1- aplicação do sistema adesivo; 2- secagem com leve jato de ar; 3- fotopolimerização do adesivo; 4- aplicação da resina composta; 5- fotopolimerização da resina composta; 6- espécime com restauração	38
Figura 11 – Fotopolimerizador Elipar™ DeepCure-S (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	38
Figura 12 – Estufa (Memmert INE 400, Schwabach, Germany)	39
Figura 13 – Superfície do espécime dividida em quadrantes.....	39
Figura 14 – 1- Máquina de testes universal; 2- <i>Jig</i> introduzido na máquina de testes universal	39
Figura 15 – Palitos em compressa humedecida com água destilada	40
Figura 16 – Ilustração representativa dos tipos de falha: 1- adesiva; 2- coesiva no dente; 3- coesiva na resina composta; 4- mista.....	40
Figura 17 – Exemplo de uma falha adesiva	41

Figura 18 – Gráfico de dispersão dos valores de resistência adesiva (MPa) nos 4 sistemas adesivos e diferentes palitos considerados. Adesivo: 1-FUT; 2-SBU; 3-EM1; 4-EM2 43

Figura 19 – Representação gráfica da média (MPa) e desvio-padrão de cada grupo. Adesivo: 1-FUT; 2-SBU; 3-EM1; 4-EM2 45

ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 – Materiais utilizados: composição e especificações.....	35
Tabela 2 – Instruções do fabricante para a aplicação dos sistemas adesivos e resina composta.....	37
Tabela 3 – Critérios de informação para as estruturas de covariância homogénea	44
Tabela 4 – Testes de efeito fixo tipo III	44
Tabela 5 – Média (MPa) e desvio-padrão de cada grupo.....	44
Tabela 6 – Quantificação dos tipos de falha em cada grupo	45

LISTA DE ABREVIATURAS

BPA – bisfenol A

Bis-GMA – bisfenol A-glicidil metacrilato

Bis-DMA – bisfenol A-dimetacrilato

CDEM – Clínica Dentária Egas Moniz

CQ – canforoquinona

FUT – Futurabond[®] M+

IUEM – Instituto Universitário Egas Moniz

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

HEMA – hidroxietil metacrilato

MPa – megapascal

μm – micrómetro

μTBS – *microtensile bond strength*

mm – milímetro

mm/min – milímetro por minuto

mW/cm² – miliwatt por centímetro quadrado

min – minuto

pH – potencial de hidrogénio

SBU – Scotchbond[™] Universal

TEGDMA – dimetacrilato de trietilenoglicol

UDMA – uretano-dimetacrilato

10-MDP – 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato

I. INTRODUÇÃO

1.1. Composição e Estrutura do Esmalte e Dentina

A estrutura dentária consiste numa junção de três tecidos altamente diferenciados: o esmalte, a dentina e o cimento — que formam uma estrutura organizada e complexa, com capacidades funcionais e estruturais ideais, que auxilia na sustentação da carga mecânica induzida pela mastigação (juntamente com o ligamento periodontal), e na prevenção de possíveis falhas que ocorram durante a sua função (Ross & Pawlina, 2016; Shahmoradi et al., 2014).

O sucesso na adesão ao substrato dentário requer um conhecimento anatómico e biológico da natureza dentária e da sua heterogeneidade, uma vez que existe uma componente orgânica e inorgânica inerente a cada um dos tecidos (Anusavice et al., 2013; Hilton et al., 2013). Considerando que o esmalte e a dentina representam os tecidos dentários aos quais são aderidos mais frequentemente materiais restauradores, é fundamental a compreensão da sua estrutura e composição de forma a permitir a confecção de restaurações compatíveis com as suas propriedades mecânicas e biológicas, seguindo um princípio biomimético (Magne & Douglas, 1999).

1.1.1 Esmalte

O esmalte é o tecido mais duro do nosso organismo, devido à sua rica composição mineral (aproximadamente 96% de hidroxiapatite de cálcio), em contraste com o seu conteúdo orgânico e água, que representam apenas 4%. O elevado conteúdo inorgânico mineral, em conjunto com a organização estrutural, permite ao esmalte suportar elevadas forças mecânicas. A elevada dureza inevitavelmente aumenta a sua fragilidade, mas a camada subjacente de dentina (com uma maior resiliência) permite a manutenção da sua integridade. Contrariamente à dentina, o esmalte apresenta uma estrutura acelular e avascular que não tem a capacidade de regeneração ou reparação (Chiego, 2019; Nanci, 2017; Ross & Pawlina, 2016; Shahmoradi et al., 2014).

A estrutura básica do esmalte está organizada em prismas e em substância interprismática. Os prismas apresentam-se agrupados com uma organização circunferencial ao longo do longo eixo do dente. Geralmente, têm uma direção perpendicular relativamente à superfície de dentina, ou seja, na região cervical têm uma

orientação mais horizontal, aumentando a sua inclinação com a aproximação cuspídea (Chiego, 2019; Nanci, 2017).

1.1.2 Dentina

A dentina é o tecido dentário mais abundante, subjacente ao esmalte e ao cimento radicular (Ross & Pawlina, 2016). É caracterizada pela sua estrutura tubular única que atravessa toda a sua espessura e contém os prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos, que se encontram na periferia da polpa, alinhados numa camada de pré-dentina, e são responsáveis pela formação e manutenção da dentina (Nanci, 2017).

Relativamente à sua composição, a dentina é constituída aproximadamente por 70% de hidroxiapatite, 10% de água e 20% de conteúdo orgânico — representado principalmente pelo colagénio tipo I, existindo também outras proteínas não colagénicas e lípidos (Nanci, 2017). O colagénio serve como uma rede onde se deposita parte do conteúdo mineral, através da regulação pelas proteínas não colagénicas que se encontram entre as fibras de colagénio (Nanci, 2017). A elevada componente orgânica e natureza húmida da dentina tornam a adesão a este substrato extremamente complexa (Perdigão, 2007).

Podem ser distinguidos três tipos de dentina, consoante o *timing* do seu desenvolvimento e as características histológicas. A dentina primária é o principal constituinte de um dente e a sua deposição ocorre até o dente erupcionar e entrar em oclusão. Esta consiste na dentina do manto, que é a primeira a ser depositada, ao longo da junção amelodentinária, estendendo-se até uma zona de dentina globular que contém áreas hipomineralizadas; e na dentina circumpulpar, que ocupa grande parte da dentina, sendo a sua maioria constituída pela dentina intertubular e peritubular. Quando é estabelecido contacto com o dente antagonista, começa a formação de dentina secundária de uma forma contínua e mais lenta, sendo normalmente dentina circumpulpar. Ao contrário do esmalte, a dentina é um tecido “vivo”, e, quando existe algum estímulo traumático (lesão de cárie, atrição ou procedimento iatrogénico) com afetação da polpa, é formada uma dentina terciária (reacional ou reparadora) que protege a polpa. No limite da polpa existe uma camada de pré-dentina, que consiste em dentina formada recentemente, antes da sua calcificação e maturação (Chiego, 2019; Goldberg et al., 2011; Nanci, 2017).

1.2. Adesão e Sistemas Adesivos

O conceito de adesão é universal a várias áreas e consiste na união entre dois substratos diferentes, através de uma atração molecular. Este processo envolve um substrato aderente, que é unido a outro por meio de um adesivo, formando uma interface adesiva. No contexto da Medicina Dentária, a adesão é um princípio que está em constante evolução e é aplicado não só à união entre a superfície dentária e o material restaurador, mas também entre materiais restauradores (Marshall et al., 2010; Perdigão, 2007; Von Fraunhofer, 2012).

A grande mudança de paradigma na adesão à estrutura dentária surgiu em 1955, com a introdução do condicionamento ácido ao esmalte por Buonocore. Desde então, a evolução das técnicas adesivas permitiu o alcance de uma dentisteria minimamente invasiva (Nagarkar et al., 2019). O ácido ortofosfórico cria microporosidades na superfície do esmalte, permitindo a posterior infiltração de materiais à base de resina, passando a existir uma retenção predominantemente micromecânica, evitando assim as preparações cavitárias pouco conservadoras características das restaurações a amálgama (Buonocore, 1955; Buonocore et al., 1968; Sezinando, 2014). Geralmente, o ácido ortofosfórico é utilizado a 35-37% e produz padrões de desmineralização distintos no esmalte, consoante a sua localização: o tipo I consiste na desmineralização nos núcleos dos prismas; no tipo II existe uma dissolução do esmalte periférico; no tipo III ocorre uma desmineralização amorfa (Hilton et al., 2013).

Mais tarde, Fusayama desafiou o conceito do condicionamento ácido e foi introduzida a técnica *total-etch*, que se refere ao condicionamento com ácido ortofosfórico do esmalte e dentina, simultaneamente (Fusayama, 1992; Fusayama et al., 1979). A contínua investigação levou ao desenvolvimento dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*, baseados na técnica *total-etch*. Com a procura de sistemas mais simplificados, surgiram os *self-etch*, que não requerem a lavagem da superfície e por isso são muitas vezes chamados de *etch-and-dry*. Ambas as estratégias adesivas têm as suas vantagens e desvantagens relativamente à sua eficácia e longevidade, obviamente relacionadas com o tipo de produto. Subsequentemente, foram introduzidos os sistemas adesivos universais, que podem ser utilizados em diversas situações clínicas, seguindo os diferentes protocolos adesivos. Adicionalmente, é de realçar que uma redução do número de passos não está necessariamente relacionada a uma melhoria da adesão,

sendo que, geralmente, os sistemas adesivos *multi-step* demonstram uma eficácia adesiva superior, quando comparados com os sistemas adesivos simplificados correspondentes (Van Meerbeek et al., 2020).

Atualmente, existe uma ampla oferta de sistemas adesivos, e, independentemente da sua apresentação, existem certos componentes comuns a todos, nomeadamente, os monómeros de resina, iniciadores de polimerização, inibidores ou estabilizadores de polimerização, solventes e, ocasionalmente, partículas de carga inorgânica (Van Landuyt et al., 2007). De uma forma geral, existem três passos básicos aquando da sua utilização: inicialmente, pode ou não ser aplicado um ácido; de seguida, um *primer* (acídico ou não) e, finalmente, um adesivo. Dependendo do tipo de sistema, técnica adesiva ou substrato aderente, certos componentes podem estar separados ou juntos numa mesma solução, ou até ser dispensados (Anusavice et al., 2013; Von Fraunhofer, 2012).

A adesão ao substrato dentário, pelos materiais à base de resina, assenta nos seguintes mecanismos: mecânico, que consiste na impregnação do adesivo nas irregularidades da superfície e formação dos *resin tags*; adsorção, que consiste na adesão química do adesivo aos componentes inorgânicos (hidroxiapatite) ou orgânicos (colagénio do tipo I); difusão, que está relacionada com a precipitação de substâncias na superfície às quais os monómeros de resina aderem mecânica ou quimicamente; pode ainda existir uma combinação destes três mecanismos (Ritter et al., 2019).

O princípio fundamental da adesão à estrutura dentária é baseado numa troca da matéria inorgânica do dente por resina sintética (Van Meerbeek et al., 2001, como referido em Van Meerbeek et al., 2003). Inicialmente, existe a remoção de fosfato de cálcio com a formação de microporosidades; de seguida, ocorre a fase de hibridização, com a infiltração e posterior polimerização *in situ* da resina fluída nas microporosidades criadas. Isto resulta numa retenção micromecânica, que é um dos principais requisitos para uma boa adesão (Van Meerbeek et al., 2003).

Adicionalmente, para a obtenção de uma adesão firme é necessária uma superfície limpa com uma elevada energia de superfície. Por norma, no início de um procedimento restaurador, a superfície dentária tem uma baixa energia de superfície devido aos contaminantes e à *smear layer* criada. O condicionamento ácido remove a maioria

destes contaminantes e produz uma rugosidade de superfície que irá permitir a posterior adesão micromecânica (Marshall et al., 2010). Além disso, para promover a adesão, é necessário que o adesivo tenha a capacidade de molhar o substrato, formando uma interface com a superfície. Este fenómeno é denominado por molhabilidade, e, pode ser avaliado através do ângulo de contacto formado entre o adesivo e a superfície aderente. Assim, quanto menor for este ângulo de contacto e maior for a energia de superfície, maior será a sua capacidade de fluir e aderir à superfície dentária (Von Fraunhofer, 2012).

Um dos maiores desafios para um sistema adesivo é permitir uma adesão igualmente eficaz a substratos dentários tão distintos como o esmalte e a dentina. Enquanto que a adesão ao esmalte é mais previsível, a adesão à dentina é bem mais complexa. Assim sendo, de forma a proporcionar uma adesão duradoura à dentina, é importante conseguir uma adesão química, através da qual existe um contacto mais próximo entre átomos e moléculas (Van Meerbeek et al., 2011; Van Meerbeek et al., 2020).

1.2.1. Sistemas Adesivos *Etch-and-Rinse*

Tal como o seu nome indica, os sistemas adesivos *etch-and-rinse* envolvem a aplicação prévia de ácido ortofosfórico, seguida da lavagem da superfície, o que irá permitir a completa remoção da *smear layer* e dos *smear plugs* (detritos nos túbulos dentinários) (Sofan et al., 2017).

Estes sistemas adesivos estão disponíveis sob a forma de 3 passos e 2 passos. Nos sistemas de 3 passos, após a aplicação de ácido ortofosfórico, é aplicado o *primer* (ou agente promotor da adesão) e, de seguida, o adesivo. Na técnica de 2 passos, existe a junção do *primer* e do adesivo no mesmo frasco (Van Meerbeek et al., 2003; Van Meerbeek et al., 2010) (Figura 1).

A utilização destes sistemas adesivos é baseada na técnica *total-etch*, previamente referenciada, sendo que, o condicionamento com ácido ortofosfórico, no esmalte, é responsável pela desmineralização dos cristais de hidroxiapatite, originando macro e microporosidades, o que irá aumentar a energia de superfície e garantir a molhabilidade e posterior infiltração dos monómeros de resina (Anusavice et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2003). Na dentina, a desmineralização peritubular e intertubular abre os túbulos

dentinários e expõe a rede de colagénio, onde serão incorporados os monómeros de resina, formando a camada híbrida (Ritter et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2010). Considerando a desafiante adesão à dentina e a agressividade do ácido ortofosfórico para este substrato, é importante existir um tempo limitado de condicionamento ácido à dentina (15 segundos) de forma a que não ocorra um *over-etching*, pois, quanto mais profunda for a desmineralização, mais complicado será a infiltração do adesivo em profundidade (Van Meerbeek et al., 2020).

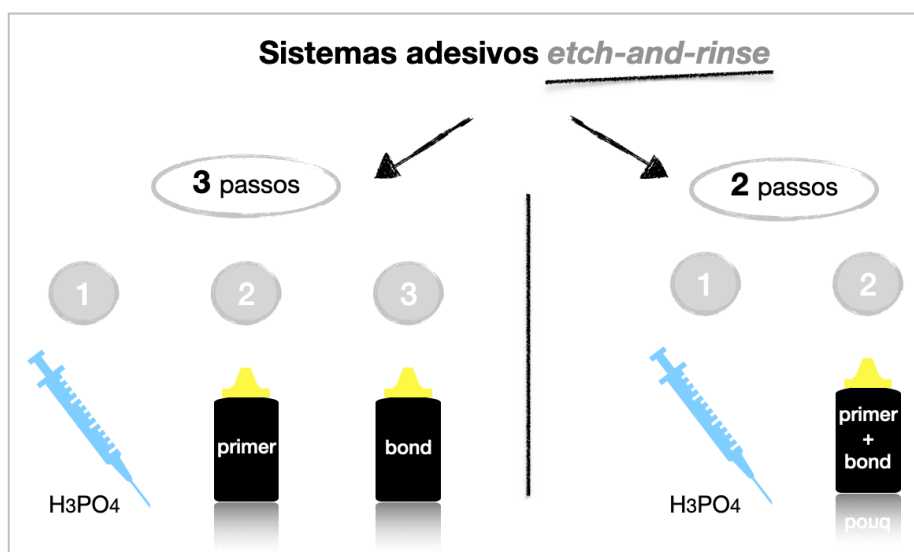


Figura 1 – Classificação dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*

Após o condicionamento ácido, durante a lavagem da superfície, o conteúdo mineral da dentina é substituído por água, obtendo-se um substrato constituído maioritariamente por água e também colagénio (Sezinando, 2014). Idealmente, toda a água seria substituída por monómeros de resina, no entanto, devido à presença de solvente residual e ao movimento do fluido dentinário para fora dos túbulos, existe uma infiltração incompleta dos monómeros na matriz de colagénio (Pashley et al., 2011). Além da alteração do conteúdo mineral, existe uma mudança na energia de superfície, pois, a remoção da hidroxiapatite, que tem uma elevada energia de superfície, expõe a rede de colagénio que tem uma baixa energia de superfície. É então necessária a aplicação de um *primer* na dentina que irá permitir o aumento da energia de superfície, fundamental para a adesão (Ritter et al., 2019).

Ao contrário do esmalte, que após condicionamento ácido precisa de ser totalmente seco para assegurar a adesão, a humidade da dentina desmineralizada deve ser mantida, de forma a que a rede de colagénio não colapse e seja possível a formação da camada

híbrida. Esta humidade deve ser relativamente controlada uma vez que o excesso de água não é eficazmente deslocado pela infiltração da resina, tornando a interface propícia à infiltração. Por isso, a aplicação do *primer* é também importante para manter a rede de colagénio hidratada e remover o excesso de água (Anusavice et al., 2013).

O *primer* consiste numa solução de monómeros dissolvidos em água, etanol ou acetona. Esta solução contém grupos hidrofílicos que permitem a ligação à matriz de colagénio, e grupos hidrofóbicos que facilitam a ligação aos monómeros de resina, permitindo assim manter a rede de colagénio suficientemente húmida para que esteja recetiva à infiltração dos monómeros hidrofóbicos contidos no adesivo. Os solventes permitem o deslocamento da água após o condicionamento ácido, de forma a garantir a infiltração adequada dos monómeros de resina na rede de colagénio (Anusavice et al., 2013; Hilton et al., 2013; Van Meerbeek et al., 2020).

Nos sistemas de 3 passos, após a utilização do *primer*, segue-se a aplicação do *bond*, que é uma resina fluída com monómeros maioritariamente hidrofóbicos. Em ambos os substratos dentários, a adesão dá-se através da retenção micromecânica. No esmalte, as porosidades criadas pelo condicionamento ácido são preenchidas pelo adesivo por capilaridade, formando macro e micro *resin tags*. Na dentina, a adesão ocorre por difusão e infiltração da resina entre a rede de colagénio, formando a camada híbrida; a infiltração do adesivo nos túbulos dentinários leva também à formação de *resin tags* (Ritter et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2003).

Apesar da constante procura por sistemas adesivos mais simplificados, os *etch-and-rinse* continuam a ser muito utilizados atualmente devido às vantagens que apresentam, nomeadamente: a difusão e retenção micromecânica eficaz do adesivo, tanto no esmalte como na dentina; a dissolução completa da *smear layer* e a sua posterior remoção, deixando de existir interferência desta camada com a adesão. Nos sistemas de 3 passos, a aplicação separada de uma camada suficientemente espessa de resina hidrofóbica ajuda a absorver as tensões de polimerização. Adicionalmente, de acordo com a evidência científica, esta é a melhor estratégia de adesão no esmalte, apresentando uma maior longevidade, relacionada com o tipo de produto utilizado (Van Meerbeek et al., 2020). É importante salientar que a redução do número de passos tem um “custo” e, no caso dos *etch-and-rinse* de 2 passos, existe uma redução da sua *performance* clínica e laboratorial, o que pode ser compensado com a aplicação de sucessivas camadas do

primer e *bond* (entre polimerizações) ou pela aplicação de uma camada extra de *bond*, o que acaba por ser contraditório (Loguercio & Reis, 2008; Van Landuyt et al., 2006). Além disso, existem algumas limitações destes sistemas adesivos que fazem com que a sua escolha tenha de ser repensada de acordo com a situação clínica, tais como: a agressividade do ácido ortofosfórico na dentina, que provoca uma completa dissolução da hidroxiapatite que serve de proteção às fibras de colagénio, levando à sua exposição em profundidade; a profundidade da camada híbrida, que aumenta a sua vulnerabilidade à infiltração e degradação enzimática. Relativamente à adesão química, é pouco provável que se verifique tendo em conta a fraca afinidade dos monómeros funcionais ao colagénio (Van Meerbeek et al., 2003; Van Meerbeek et al., 2020).

1.2.2. Sistemas Adesivos *Self-Etch*

Os sistemas adesivos *self-etch* são baseados na aplicação de um *primer* ácido autocondicionante, combinando a aplicação do ácido com o *primer* (Van Meerbeek et al., 2003). Deixa então de ser necessária a fase de lavagem da superfície, portanto, ao contrário dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*, não existe a remoção da *smear layer* e do fosfato de cálcio dissolvido, que ficam incorporados na camada híbrida (Van Meerbeek et al., 2010; Van Meerbeek et al., 2020).

Estes sistemas podem apresentar-se sob a forma 2 passos e 1 passo. Os *self-etch* de 2 passos são constituídos pelo *primer* ácido e o adesivo, em soluções separadas. A junção destes componentes numa só solução levou à formulação dos sistemas de 1 passo, vulgarmente conhecidos como *all-in-one* (Sezinando, 2014; Van Meerbeek et al., 2011) (Figura 2). Esta abordagem tem sido considerada mais *user-friendly* e com uma menor sensibilidade técnica, uma vez que o número de passos está reduzido e, consequentemente, o tempo de aplicação é mais curto (Sezinando, 2014).

A composição básica destes sistemas adesivos consiste numa solução aquosa de monómeros funcionais ácidos, com um pH relativamente mais elevado que o ácido ortofosfórico. A água tem um papel essencial pois permite a ionização dos monómeros ácidos, fundamental para a sua ação autocondicionante (Van Landuyt et al., 2007). No entanto, nos adesivos *all-in-one*, o excesso de solvente necessário para a mistura dos diferentes componentes pode comprometer a interface adesiva, levando a uma diminuição da resistência adesiva (Sezinando, 2014; Van Landuyt et al., 2005).

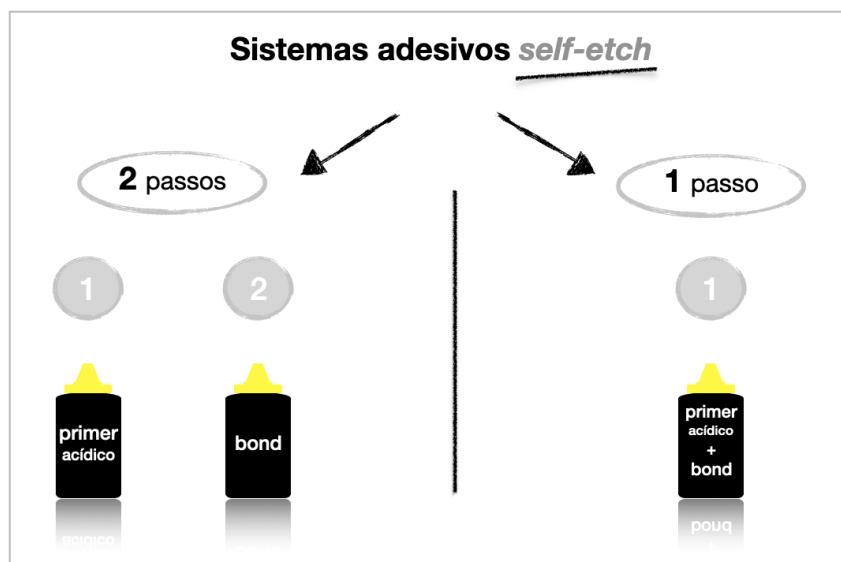


Figura 2 – Classificação dos sistemas adesivos *self-etch*

A profundidade de interação dos sistemas adesivos com o substrato dentário está dependente do pH da solução, que pode ser classificada, de acordo com Van Meerbeek et al. (2011), em: *ultra-mild* (pH superior a 2.5); *mild* (pH aproximadamente igual a 2); *intermediately strong* (pH entre 1 e 2) e *strong* (pH inferior ou igual a 1). Os adesivos *ultra-mild* têm uma interação superficial com a dentina, originando uma desmineralização de algumas centenas de nanômetros, muitas vezes referida como nano-interação. Nos adesivos *mild*, existe uma desmineralização de cerca de 1 μm , enquanto que, para os *intermediately strong* já falamos numa profundidade de interação até 2 μm . Os adesivos *strong* permitem uma desmineralização de vários micrómetros, com a formação de uma camada híbrida espessa e completamente desmineralizada, na qual as fibras de colagénio já não estão suportadas pela hidroxiapatite (Van Meerbeek et al., 2011).

Embora os *strong self-etch* demonstrem um potencial adesivo razoável no esmalte, o mesmo não acontece na dentina, em que os adesivos *mild* são a opção recomendada, pois as fibras de colagénio continuam protegidas pela hidroxiapatite, o que irá permitir uma interação química com os monómeros funcionais (Van Meerbeek et al., 2011). Além disso, segundo a literatura, os *mild self-etch* estão associados a uma adesão eficaz e duradoura na dentina, relacionada com o tipo de produto utilizado (Van Meerbeek et al., 2020).

Apesar da vantajosa interação com o substrato dentinário, estes sistemas adesivos apresentam algumas limitações no esmalte, onde a retenção micromecânica continua a

ser a melhor estratégia de adesão. Uma vez que os *self-etch* não originam uma desmineralização tão profunda como o ácido ortofosfórico, o condicionamento ácido seletivo ao esmalte, seguido da aplicação de um *mild self-etch*, é o procedimento mais recomendado aquando da utilização destes sistemas adesivos. Adicionalmente, a elevada cristalinidade, tamanho e orientação dos cristais de hidroxiapatite no esmalte, comparativamente à dentina, faz com que o cálcio esteja menos disponível para a interação química (Erickson et al., 2009; Perdigão & Geraldini, 2003; Van Meerbeek et al., 2011).

Relativamente aos *intermediately strong self-etch*, estes foram desenvolvidos com o objetivo de melhorarem a adesão ao esmalte e, ao mesmo tempo, manterem o potencial de adesão química à dentina (Van Meerbeek et al., 2020).

A *performance* destes sistemas adesivos varia bastante, dependendo não só da sua classificação em termos de pH, mas também da sua composição e dos monómeros funcionais incluídos na formulação adesiva. Dentro destes, o 10-MDP é considerado o monómero funcional mais eficaz, combinando o condicionamento moderado (que leva à microrretenção da superfície) com a interação química com o cálcio, que adicionalmente resulta numa *nanolayer* estável (Van Meerbeek et al., 2011; Yoshida et al., 2004; Yoshida et al., 2012; Yoshihara et al., 2018).

Ao longo do tempo, estes sistemas adesivos têm sido cada vez mais utilizados, particularmente os *mild self-etch*. Além das vantagens já referidas, existem outros pontos positivos a favor da sua utilização, nomeadamente, a diminuição da profundidade da hibridização, que facilita a difusão do adesivo durante o curto tempo de aplicação — como referido em Van Meerbeek et al. (2020), a qualidade da camada híbrida é mais importante do que a sua espessura. A desmineralização parcial da dentina permite uma adequada retenção micromecânica, bem como uma maior proteção do colagénio à degradação enzimática (De Munck et al., 2009; De Munck et al., 2010). Tal como referido para os *etch-and-rinse*, nos *self-etch* de 2 passos a aplicação separada do adesivo pode contribuir para a absorção das tensões da polimerização e, nos adesivos *all-in-one*, a aplicação de uma camada extra de *bond* é benéfica (Loguercio & Reis, 2008; Van Landuyt et al., 2006; Van Meerbeek et al., 2020). Por outro lado, além da insatisfatória desmineralização no esmalte, existem alguns pontos negativos, particularmente, a interferência da *smear layer* na adesão (principalmente para os *ultra-*

mild) e a instabilidade hidrolítica inerente aos monómeros funcionais, como o 10-MDP (Salz et al., 2005; Van Meerbeek et al., 2020).

1.2.3. Sistemas Adesivos Universais

Com o objetivo de simplificar a utilização destes materiais, foram introduzidos os sistemas adesivos universais ou multimodo, que permitem ao médico dentista utilizar o mesmo sistema adesivo em diferentes situações clínicas, selecionando o protocolo adesivo adequado a cada condição, seja *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching* (Alex, 2015; Da Rosa et al., 2015; Perdigão & Loguercio, 2014) (Figura 3). Estes foram fabricados de acordo com o conceito *all-in-one* dos sistemas adesivos *self-etch*, sendo constituídos por uma única solução, que funciona como *primer* autocondicionante e adesivo (Wagner et al., 2014). Além da adesão a restaurações diretas, a versátil composição destes sistemas adesivos permite a sua utilização na adesão de restaurações indiretas (Alex, 2015).

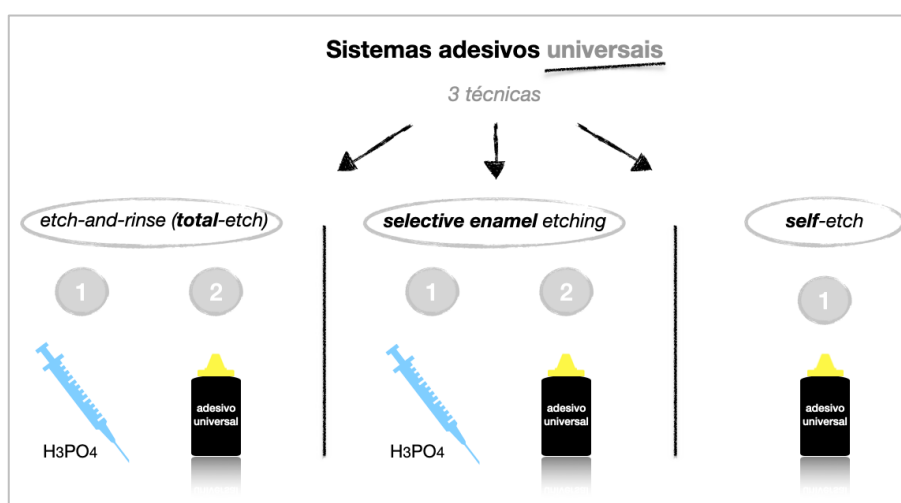


Figura 3 – Técnicas de utilização dos sistemas adesivos universais

Além da importância da estratégia adesiva utilizada, o desempenho destes sistemas adesivos está dependente do substrato dentário aderido, bem como do pH da solução. No esmalte, o condicionamento ácido seletivo previamente à aplicação do sistema adesivo universal é aconselhado de forma a otimizar a resistência adesiva. Na dentina, a aplicação exclusiva do sistema adesivo universal, através de uma abordagem *self-etch*, permite a simultânea desmineralização e infiltração dos monómeros, bem como a manutenção de hidroxiapatite, essencial para a interação química (Cuevas-Suárez et al.,

2019; Da Rosa et al., 2015; Hanabusa et al., 2012; Perdigão & Loguercio, 2014; Sezinando, 2014).

A interação química é uma característica fundamental destes sistemas adesivos, uma vez que aumenta a durabilidade da interface adesiva na dentina. Esta interação está relacionada com a presença de monómeros funcionais como o 10-MDP, que tem sido substancialmente utilizado desde a sua introdução nos sistemas adesivos *self-etch* (Sezinando, 2014; Van Landuyt et al., 2007). Este monómero contém numa das suas extremidades um grupo fosfato hidrofílico, que se vai ligar quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite, através de uma ligação iónica estável, e, na outra extremidade, um grupo metacrilato hidrofóbico capaz de se ligar a materiais restauradores à base de metacrilato (Alex, 2015; Van Landuyt et al., 2008).

A formulação destes sistemas adesivos é complexa, tendo em conta que devem ser capazes de reagir com diferentes substratos, tendo características hidrofílicas que permitam a sua interação com a dentina. Ao mesmo tempo, estes devem ser suficientemente hidrofóbicos de forma a reduzir a infiltração de água após a sua polimerização. No entanto, a quantidade de água na sua composição, necessária à dissociação dos monómeros funcionais ácidos, pode contribuir para a hidrólise, comprometendo a interface adesiva (Alex, 2015).

Embora os sistemas adesivos universais sejam vantajosos pela sua versatilidade, ainda existem algumas limitações. A pequena espessura da camada adesiva conduz a uma inibição parcial da sua polimerização, pelo oxigénio, diminuindo a estabilidade da interface adesiva; existe ainda uma redução da capacidade de absorção das tensões de polimerização. A presença fundamental do monómero funcional HEMA (hidroxietil metacrilato) — que atua como co-solvente de outros monómeros e previne a separação entre componentes hidrofílicos e hidrofóbicos — acaba por trazer alguns pontos negativos, uma vez que a sua elevada hidrofilia promove a absorção de água da dentina subjacente; a falta de polimerização eficaz deste monómero aumenta ainda a probabilidade de degradação hidrolítica da interface. A incorporação de silano em vários sistemas adesivos universais, impede que estes tenham um pH inferior a 2.5 e, portanto, mantêm-se na categoria de *ultra-mild* (uma vez que o silano perde estabilidade em ambientes mais ácidos), o que diminui a sua capacidade de desmineralização e, conseqüentemente, a eficácia adesiva. Tal como referido para os *self-etch*, a

sensibilidade do monómero funcional 10-MDP à degradação hidrolítica é outra limitação que deve ser ultrapassada com a introdução de novos monómeros funcionais (Van Meerbeek et al., 2020; Yao et al., 2018).

1.3. Bis-GMA

O Bis-GMA (bisfenol A-glicidil metacrilato), introduzido por Bowen, é um dos monómeros de resina mais conhecidos, sendo incorporado frequentemente na composição de vários sistemas adesivos e resinas compostas. Por ser um monómero com dois grupos polimerizáveis permite a formação de polímeros com ligações cruzadas (*cross-linking*), que lhe conferem uma maior resistência mecânica (Van Landuyt et al., 2007).

Este monómero tem sido amplamente utilizado devido às vantagens que apresenta, particularmente, a redução da contração de polimerização, a capacidade de formação de ligações cruzadas, boas propriedades mecânicas, bem como uma fácil difusão nos tecidos (Moszner & Salz, 2001; Söderholm & Mariotti, 1999; Yin et al., 2016; Yu, Liu, Liu, et al., 2014; Yu, Liu, & He, 2014).

A biocompatibilidade dos materiais dentários com Bis-GMA tem vindo a ser questionada devido ao seu componente Bisfenol A (BPA), que está associado a efeitos citotóxicos e a uma atividade estrogénica, levando a uma desregulação do sistema endócrino. Embora o BPA não esteja presente na sua forma pura nestes materiais restauradores, alguns autores defendem que o mesmo tem o potencial de se libertar dos seus derivados — Bis-GMA, Bis-DMA (bisfenol A-dimetacrilato), entre outros —, o que depende de vários fatores, como a metodologia utilizada na sua síntese, o grau de impurezas ou a incompleta polimerização. Ainda existe muita controvérsia relativamente a este tema, pois, enquanto alguns autores defendem que o Bis-GMA pode aumentar a exposição ao BPA, outros referem que o Bis-GMA (ao contrário do Bis-DMA) não se hidrolisa em BPA devido à sua estrutura química que previne a hidrólise. Apesar de existirem diversos estudos *in vitro* e *in vivo* que demonstrem a atividade estrogénica do BPA, são necessários mais estudos associados particularmente ao Bis-GMA, tendo em conta a sua importância nos materiais restauradores à base de resina. Além disso, a insuficiente informação toxicológica sobre os possíveis efeitos adversos dos materiais dentários derivados do BPA é uma limitação que deve ser

superada (Fleisch et al., 2010; He & Kopperud, 2018; Jun et al., 2020; Marzouk et al., 2019; Söderholm & Mariotti, 1999; Van Landuyt et al., 2007; Yu, Liu, & He, 2014).

1.3.1 Bis-GMA free materials

Com o incentivo de minimizar a possível exposição ao BPA, muitos fabricantes têm procurado desenvolver materiais restauradores sem Bis-GMA, substituindo-o por outros monómeros que não derivem do BPA. Idealmente, um material sem Bis-GMA deve ter propriedades físicas e mecânicas idênticas ou superiores a um que apresente Bis-GMA na sua composição, o que se torna desafiante tendo em conta as vantagens deste monómero (Van Landuyt et al., 2007; Yin et al., 2016; Yu, Liu, Liu, et al., 2014).

O UDMA (uretano-dimetacrilato) é outro monómero relativamente comum na composição dos materiais à base de resina, que tem sido estudado como possível alternativa ao Bis-GMA. Contrariamente ao Bis-GMA, o UDMA apresenta uma baixa viscosidade e uma elevada flexibilidade a nível da sua ligação estrutural. Embora este monómero apresente algumas vantagens, os materiais formulados à base de UDMA estão associados a uma elevada contração volumétrica, o que pode contribuir para o aparecimento de lesões de cárie secundária devido ao espaço resultante entre o material e o dente (Floyd & Dickens, 2006; Papakonstantinou et al., 2013).

Com a constante procura por materiais alternativos, os macrómeros dendríticos foram introduzidos na composição de alguns materiais, devido à sua estrutura química que poderia reduzir a contração volumétrica dos materiais dentários (Viljanen et al., 2007). Dentro destes macrómeros, o G-IEMA (dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato) tem sido investigado como potencial substituto do Bis-GMA. Segundo alguns autores, resinas preparadas com o G-IEMA demonstram algumas vantagens comparativamente a resinas com Bis-GMA, nomeadamente, um maior grau de conversão do monómero, uma contração volumétrica idêntica ou inferior, bem como uma redução da absorção de água e solubilidade. No entanto, algumas propriedades mecânicas, como a resistência à flexão e o módulo de flexão, ainda demonstram limitações (Yu, Liu, & He, 2014; Yu et al., 2015).

Atualmente, ainda não existe evidência científica suficiente relativamente à utilização do G-IEMA nos materiais dentários, sendo que a maioria dos estudos em que

existe a formulação de materiais sem Bis-GMA diz respeito a resinas compostas. Recentemente, Vasconcelos e Cruz et al. (2019), formularam um sistema adesivo universal com G-IEMA, em substituição do Bis-GMA, e avaliaram as suas propriedades físico-químicas, demonstrando que o G-IEMA poderia ser um bom substituto do Bis-GMA em sistemas adesivos. Este sistema adesivo demonstrou propriedades físico-químicas favoráveis, como um maior grau de conversão do monómero — possivelmente relacionado com a sua estrutura química dendrítica, que permite uma polimerização através das suas oito pontas (Figura 4) (Vasconcelos e Cruz et al., 2020; Yu, Liu, & He, 2014). No mesmo estudo, foram ainda registados bons resultados relativamente à contração de polimerização, absorção de água e solubilidade, comparativamente a sistemas adesivos universais com Bis-GMA (Vasconcelos e Cruz et al., 2019). No entanto, tal como referido pelos mesmos autores, é necessário alterar a percentagem de alguns componentes de forma a reduzir o pH deste sistema adesivo, para que se torne um adesivo *mild*. Adicionalmente, foi estudada a adesão deste sistema adesivo à dentina (Vasconcelos e Cruz et al., 2020), o que incentiva a contínua investigação na adesão ao esmalte e possível emergência de novos sistemas adesivos sem Bis-GMA.

Em contraste com a estrutura química linear do Bis-GMA (Figura 5), o G-IEMA apresenta uma estrutura dendrítica, que pode contribuir para uma melhor interação com a dentina, preenchendo mais facilmente os espaços entre a rede de colagénio, ao mesmo tempo que forma uma rede de *resin tags* com mais ramificações laterais, permitindo uma maior retenção micromecânica (Vasconcelos e Cruz et al., 2019; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

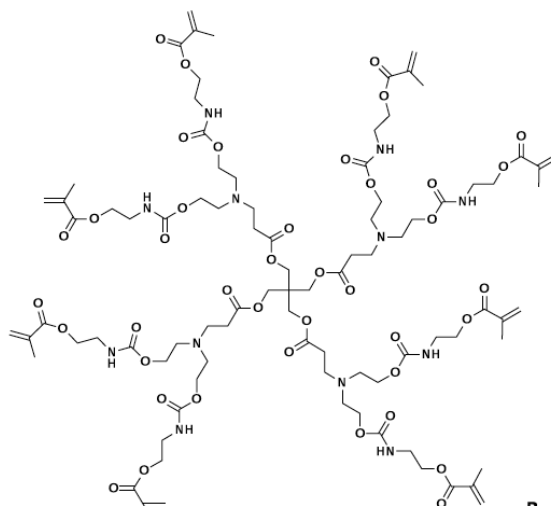


Figura 4 – Estrutura química do G-IEMA (Adaptado de Vasconcelos e Cruz et al., 2019)

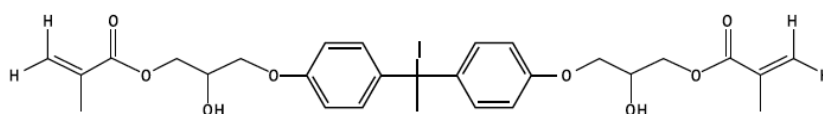


Figura 5 – Estrutura química do Bis-GMA (Adaptado de Vasconcelos e Cruz et al., 2019)

1.4. Avaliação da Resistência Adesiva

A evolução na adesão dentária está dependente de testes *in vitro* que permitem obter dados fiáveis para o desenvolvimento de novos materiais. A avaliação da resistência adesiva está incluída nestes testes e deve ser relativamente fácil de realizar, ou seja, ter uma baixa sensibilidade técnica, e ser reprodutível entre laboratórios, permitindo obter informações úteis que ajudem a prever o *outcome* clínico (Armstrong et al., 2017; Roeder et al., 2011).

Existem vários protocolos para a avaliação da resistência adesiva *in vitro*, sendo que, o tipo de teste — macro ou micro — está dependente do tamanho da área aderida, se igual ou superior a 3 mm² ou igual ou inferior a 1 mm², respetivamente (Van Meerbeek et al., 2010). Em ambos os tipos de teste podem ser aplicadas forças de tração, cisalhamento e *push-out* (Sirisha et al., 2014).

1.4.1. Norma ISO/TS 11405:2015

A norma ISO/TS 11405:2015 fornece orientações para a realização dos testes de adesão à estrutura dentária relativamente à seleção, armazenamento e manipulação do substrato dentário, de forma a garantir a padronização dos protocolos.

1.4.2. Teste de Microtração

O desempenho dos sistemas adesivos pode ser estudado através de diferentes testes. Dentro destes, um dos mais utilizados para avaliação da resistência adesiva é o teste de microtração, introduzido por Sano et al., em 1994 (Sirisha et al., 2014; Van Meerbeek et al., 2010). Segundo Armstrong et al. (2017), este é o melhor teste para medir a retenção de uma restauração a resina composta.

Existem inúmeras vantagens relacionadas com a utilização deste teste, nomeadamente, a maior conservação de dentes, já que são utilizados múltiplos

espécimes a partir de um único dente; a melhor distribuição de tensões na interface adesiva, devido à reduzida dimensão das amostras, levando a uma diminuição das falhas coesivas; a medição de valores superiores de resistência adesiva; a possibilidade do cálculo de médias e variâncias para um único dente; a avaliação de superfícies mais pequenas e irregulares; entre outras (Pashley et al., 1995; Pashley et al., 1999; Sano, et al., 1994).

Apesar das vantagens existem também algumas limitações, como a exigência técnica e o tempo de trabalho. Além disso, a pequena dimensão dos espécimes leva a que facilmente desidratem ou fraturem e, existe ainda a dificuldade na medição de valores de resistência adesiva inferiores a 5 MPa. A falta de consenso na realização destes testes, bem como a falta de comunicação de falhas pré-teste e fraturas fora da região de teste, são outras desvantagens que devem ser ultrapassadas (Pashley et al., 1995; Pashley et al., 1999).

Ainda que a utilização de amostras mais pequenas conduza a uma diminuição da probabilidade de falhas, é importante ter em conta que a aplicação de um teste “micro” não elimina os desafios inerentes a cada dente, nomeadamente a nível da sua heterogeneidade estrutural. A distribuição do *stress* e, conseqüentemente, a resistência adesiva e tipo de falha registada, é influenciada não só pelas propriedades inerentes à interface adesiva, mas também pela preparação dos espécimes, o seu polimento e o método de aplicação de força (Armstrong et al., 2010).

A resistência adesiva é calculada através da divisão do valor da força de tensão aplicada no momento da fratura, pela área da secção transversal da interface adesiva (Armstrong et al., 2010).

II. OBJETIVOS

O objetivo deste estudo é avaliar a resistência adesiva ao esmalte, por microtração, de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA comparativamente a outros sistemas adesivos universais com Bis-GMA, na vertente *self-etch*.

2.1. Hipóteses de Estudo

Hipótese nula:

Não se verificam diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte, por microtração, entre o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e os sistemas adesivos universais com Bis-GMA estudados, com o protocolo de aplicação *self-etch*.

Hipótese alternativa:

Verificam-se diferenças significativas na resistência adesiva ao esmalte, por microtração, entre o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA e os sistemas adesivos universais com Bis-GMA estudados, com o protocolo de aplicação *self-etch*.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

3.1. Considerações Éticas

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

3.2. Amostra de Estudo

A amostra foi recolhida do Banco de Dentes Humanos (BDH) da Clínica Dentária Egas Moniz (CDEM) (Anexo II), seguindo-se o trabalho laboratorial realizado no Laboratório de Biomateriais do IUEM (Anexo III).

Foram selecionados dez molares humanos hígidos, previamente extraídos por razões periodontais ou ortodônticas, sem qualquer lesão de cárie, restauração ou tratamento endodôntico, e armazenados por um período não superior a seis meses, tal como indicado na norma ISO/TS 11405:2015. De acordo com a mesma norma, após a exodontia, os dentes foram lavados em água corrente e o tecido orgânico aderido foi removido com uma cureta de Gracey. Posteriormente, os dentes (Figura 6) foram colocados numa solução de cloramina-T trihidratada a 1% por um período máximo de uma semana, após o qual foram trocados para uma solução de água destilada a 4°C. O meio de armazenamento foi substituído semanalmente até ao início do procedimento laboratorial, que foi executado pelo mesmo operador.



Figura 6 – Imagem ilustrativa da amostra

Os dentes foram seccionados ao meio, no sentido vestibulo-lingual ou vestibulo-palatino, obtendo dois espécimes por dente. Cada espécime de um mesmo dente foi aleatoriamente distribuído por grupos experimentais distintos, garantindo a aplicação de dois sistemas adesivos diferentes por dente, de forma a aumentar a heterogeneidade de cada grupo (Armstrong et al., 2017). Foram obtidos 5 espécimes por grupo (n=5):

Grupo 1: Futurabond[®] M+ (FUT);

Grupo 2: Scotchbond[™] Universal (SBU);

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

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

3.3. Materiais

Foram utilizados dois sistemas adesivos universais comerciais, o Futurabond[®] M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany) e o Scotchbond[™] Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), e dois sistemas adesivos universais experimentais já formulados, um com Bis-GMA (EM1) e outro sem Bis-GMA (EM2). Relativamente à resina composta, foi utilizada a Maxima[®] Natural Elegance (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany) na cor A3/D3. Os adesivos experimentais foram desenvolvidos de acordo com a composição química dos adesivos comerciais mencionados, sendo que, no EM2, a mesma quantidade de Bis-GMA foi substituída pelo G-IEMA (Vasconcelos e Cruz et al., 2019; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

Os materiais utilizados estão discriminados na tabela 1, juntamente com o lote, validade, composição e pH correspondente.

Tabela 1 – Materiais utilizados: composição e especificações

Material / Fabricante	Composição	Lote / Validade	pH	Imagem
Futurabond® M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany)	HEMA; Bis-GMA; etanol; monômero ácido adesivo; UDMA; catalisador; ácidos silícicos pirogênicos	1946143 7/2021	2,07	
Scotchbond™ Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)	10-MDP; resinas dimetacrilato; HEMA; copolímero Vitrebond™; partículas de preenchimento; etanol; água; iniciadores; silano	6675423 10/12/2021	2,81	
Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA	10-MDP; Bis-GMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; água; etanol; CQ	Não aplicável	2,02	
Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA	10-MDP; G-IEMA; HEMA; UDMA; TEGDMA; água; etanol; CQ	Não aplicável	2,24	
Resina Maxima® Natural Elegance cor A3/D3 (Henry Schein Services GmbH, Langen, Germany)	Metacrilatos; vidro de bário silanizado; sílica amórfica hidrofobizada	J26762 30/04/2022	-	

Abreviaturas: 10-MDP: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato; Bis-GMA: bisfenol A-glicidil metacrilato; CQ: canforoquinona; G-IEMA: dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato; HEMA: hidróxi-til metacrilato; UDMA: uretano-dimetacrilato; TEGDMA: dimetacrilato de trietilenglicol

3.4. Preparação da Amostra

Inicialmente, os dentes foram fixos a um suporte acrílico com cera colante e seccionados em metades idênticas no sentido vestibulo-lingual ou vestibulo-palatino, recorrendo ao micrótomoto de tecidos duros (Accuntom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 7).



Figura 7 – 1- Micrótomoto de tecidos duros (Accuntom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark); 2- Dente fixo ao suporte acrílico e alinhado para corte; 3- Dente seccionado em metades idênticas

Em cada dente, foi removido o tecido pulpar recorrendo a instrumentos manuais e a câmara pulpar foi preenchida com cola rápida de cianocrilato (Wurth, Sintra, Portugal) (Figura 8).

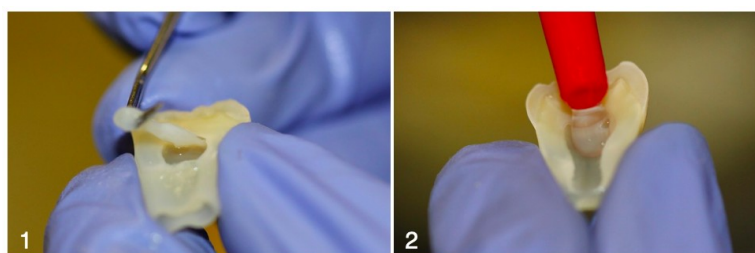


Figura 8 – 1- Remoção do tecido pulpar; 2- Selamento da câmara pulpar

Para simular a *smear layer* no esmalte, nas faces mesiais e distais, foi utilizado papel abrasivo de carbetto de silício (SiC) de 600 grit (Armstrong et al., 2017), sob água corrente, numa máquina polidora, durante 60 segundos (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark) (Figura 9).

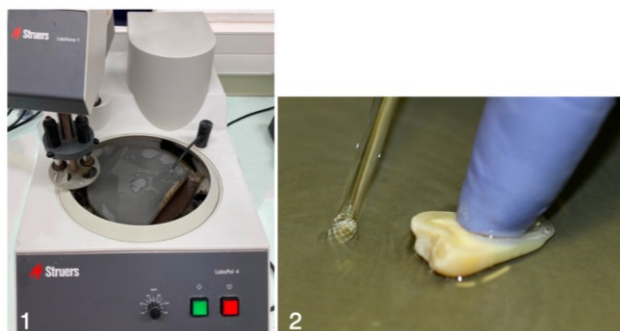


Figura 9 – 1- Máquina Polidora (LaboPol-4, Struers A/S, Ballerup, Denmark); 2- Simulação da *smear layer* no esmalte

Posteriormente, foi aplicado o sistema adesivo selecionado para cada grupo, pela técnica *self-etch*, de acordo com as instruções do fabricante. Seguiu-se a construção dos blocos de resina em incrementos de 2 mm, até 6 mm de altura, consoante as normas do fabricante (Tabela 2). Esta preparação está ilustrada na figura 10.

Tabela 2 – Instruções do fabricante para a aplicação dos sistemas adesivos e resina composta

Material	Instruções do fabricante
Futurabond® M+	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente e esfregar durante 20 segundos; 2 – Secar delicadamente o adesivo durante 5 segundos para evaporar o solvente; 3 – Fotopolimerizar 10 segundos.
Scotchbond™ Universal	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente e esfregar durante 20 segundos; 2 – Secar delicadamente o adesivo durante 5 segundos para evaporar o solvente; 3 – Fotopolimerizar 10 segundos.
Sistema adesivo experimental com Bis-GMA	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente e esfregar durante 20 segundos; 2 – Secar delicadamente o adesivo durante 5 segundos para evaporar o solvente; 3 – Fotopolimerizar 60 segundos.
Sistema adesivo experimental sem Bis-GMA	1 – Aplicar o adesivo na superfície do dente e esfregar durante 20 segundos; 2 – Secar delicadamente o adesivo durante 5 segundos para evaporar o solvente; 3 – Fotopolimerizar 60 segundos.
Resina Maxima® Natural Elegance	1 – Colocar o material restaurador em incrementos até 2 mm; 2 – Fotopolimerizar 20 segundos.

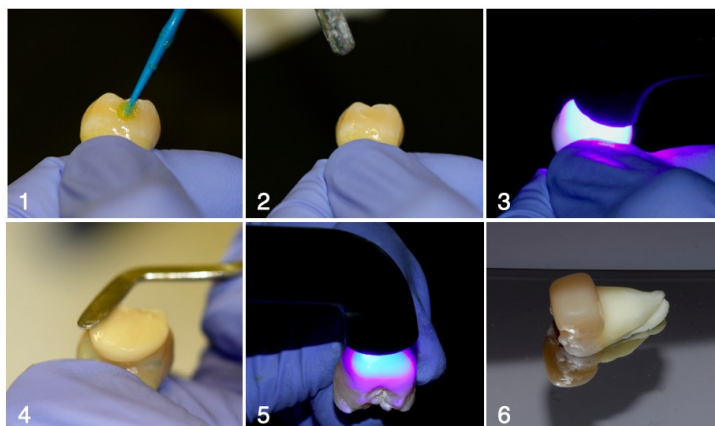


Figura 10 – Protocolo de preparação ilustrativo dos diferentes grupos: 1- aplicação do sistema adesivo; 2- secagem com leve jato de ar; 3- fotopolimerização do adesivo; 4- aplicação da resina composta; 5- fotopolimerização da resina composta; 6- espécime com restauração

O fotopolimerizador utilizado foi o Elipar™ DeepCure-S (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) (Figura 11), que apresenta uma luz LED com potência de 1.470 mW/cm² (-10%/+20%) e um comprimento de onda entre os 430 e 480 nm. A intensidade de fotopolimerização foi medida no radiômetro incorporado a cada 5 utilizações.



Figura 11 – Fotopolimerizador Elipar™ DeepCure-S (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)

Os espécimes foram armazenados em água destilada numa estufa a 37°C (Memmert INE 400 Schwabach, Germany) (Figura 12). Após 24 horas, a superfície de cada espécime foi dividida em quadrantes (1º quadrante – preto; 2º quadrante – vermelho; 3º quadrante – verde; 4º quadrante – azul) (Figura 13) e seccionada no micrótomo de tecidos duros (Accuntom-50, Struers A/S, Ballerup, Denmark) nas direções X e Y, de forma a obter palitos com uma secção transversal de $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$.



Figura 12 – Estufa (Mettmert INE 400, Schwabach, Germany)

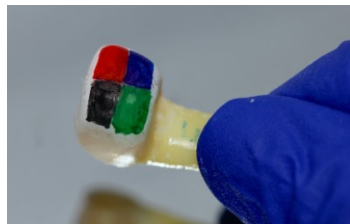


Figura 13 – Superfície do espécime dividida em quadrantes

3.5. Teste de Microtração

Os palitos viáveis obtidos foram colados individualmente a um *jig* de aço inoxidável com cola de cianocrilato (Zapit, Dental Ventures of America, Corona, CA, USA), deixando a interface adesiva livre de cola. O *jig* foi depois introduzido numa máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japan) (Figura 14) e submetido a forças de tração, a uma velocidade de 0,5 mm/min, até ocorrer fratura, sendo este valor registado em kN. Após a fratura, os palitos foram retirados dos *jigs* e medidos nos sentidos X e Y junto da interface adesiva, com o auxílio de uma craveira digital, de modo a determinar a área da interface adesiva. Foi mantida a hidratação dos palitos recorrendo a compressas humedecidas com água destilada (Figura 15).

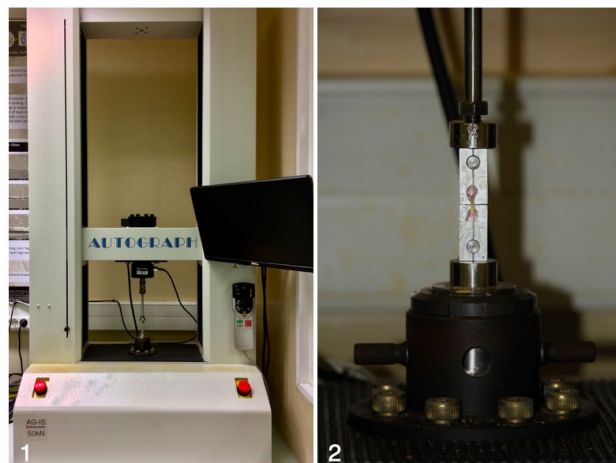


Figura 14 – 1- Máquina de testes universal; 2- *Jig* introduzido na máquina de testes universal

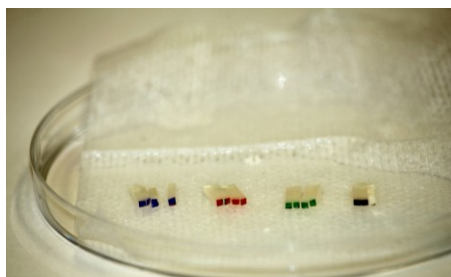


Figura 15 – Palitos em compressa humedecida com água destilada

Os valores correspondentes às resistências adesivas (μ TBS), em MPa, foram calculados através divisão da força aplicada no momento da fratura (N), pela área da superfície aderida (mm^2).

Os diferentes tipos de falha (Figura 16) foram analisados com uma lupa e classificados, tal como sugerido em Armstrong et al. (2010), em:

- Falha adesiva – caso a fratura tenha ocorrido na interface adesiva (Figura 17);
- Falha coesiva – se ocorreu exclusivamente no dente ou na resina composta;
- Falha mista – se ocorreu ao nível da interface adesiva e no dente ou resina composta.

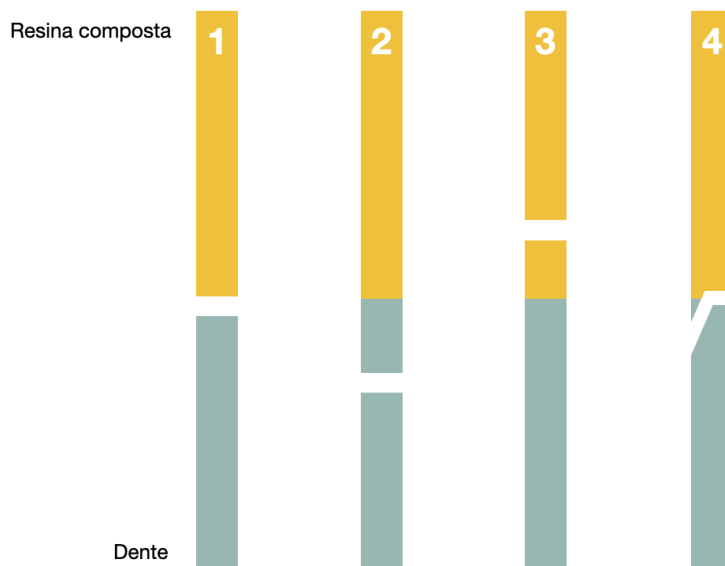


Figura 16 – Ilustração representativa dos tipos de falha: 1- adesiva; 2- coesiva no dente; 3- coesiva na resina composta; 4- mista

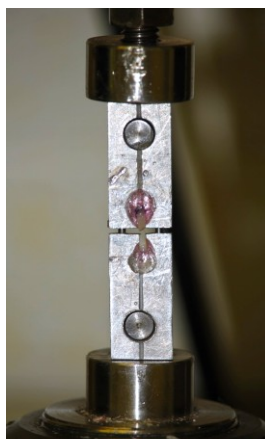


Figura 17 – Exemplo de uma falha adesiva

Foi registado o número de falhas prévias ao teste, que devem ser incluídas no cálculo da média de resistência adesiva (Armstrong et al., 2017). Tal como referido em Van Meerbeek et al. (2010), existem várias formas de lidar com as falhas pré-teste, nomeadamente a exclusão destas falhas da análise estatística (o que sobrestima o valor da resistência adesiva); a atribuição de um valor de 0 MPa a cada falha pré-teste (o que acaba por penalizar a resistência adesiva); ou a atribuição de um valor pré-determinado a cada falha pré-teste, por exemplo, o valor mais inferior registado em cada grupo — que foi a opção escolhida neste caso.

Foram ainda determinados e registados, na tabela 1, os valores de pH de cada sistema adesivo, através do medidor de pH Crison Basic20 (Crison Instruments, Barcelona, Spain).

3.6. Análise Estatística

A análise estatística foi realizada através do *Statistical Package for the Social Sciences* (SPSS), recorrendo a um modelo linear misto, e foi definido um nível de significância de $p=0.05$. Todas as falhas foram registadas, mas para a análise estatística foram apenas contabilizadas as falhas adesivas. As médias e desvios-padrão dos valores de resistência adesiva foram calculados para cada grupo. As falhas pré-teste foram incluídas no cálculo das médias, atribuindo-se o valor mais inferior registado no grupo (Van Meerbeek et al., 2010).

IV. RESULTADOS

Foi comparada a resistência adesiva (em MPa) dos quatro sistemas adesivos utilizados [(1) FUT – Futurabond[®] M+; (2) SBU – Scotchbond[™] Universal; (3) EM1 – Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA; (4) EM2 – Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA], medida em palitos de esmalte obtidos de diferentes regiões dos mesmos dentes.

Para controlo de correlações entre as medidas obtidas, bem como da heterogeneidade de variâncias, foi ajustado um modelo linear misto com um fator independente (sistema adesivo). Para melhor determinar a estrutura de dependência entre observações no mesmo dente, procedeu-se à representação gráfica dos valores de resistência adesiva (Figura 18). A dispersão dos valores registados de resistência adesiva, considerando um máximo de 20 palitos por dente, é compatível com uma estrutura de covariâncias homogêneas.

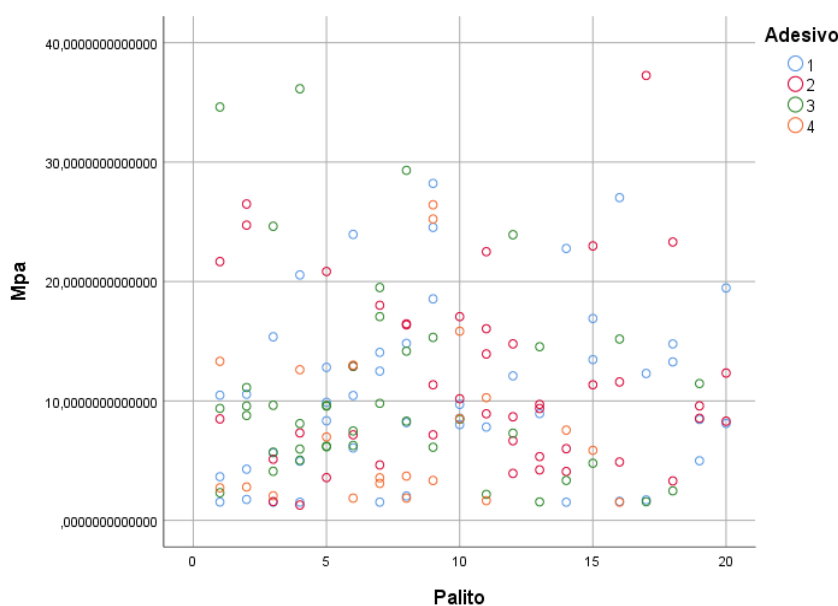


Figura 18 – Gráfico de dispersão dos valores de resistência adesiva (MPa) nos 4 sistemas adesivos e diferentes palitos considerados. Adesivo: 1-FUT; 2-SBU; 3-EM1; 4-EM2

Nestas condições, os dados foram ajustados através de várias matrizes de covariância homogênea: Auto-regressiva de primeira ordem [AR(1)], Simetria composta (CS), Identidade e Toeplitz. Para avaliar a qualidade do ajustamento obtido com as diferentes matrizes, foram utilizados os critérios de informação de Akaike (AIC), Hurvich e Tsai (AICC), Bozdogan (CAIC) e Bayesiano de Schwarz (BIC), sendo que, valores

inferiores demonstram um melhor ajustamento. A tabela 3 mostra os valores dos critérios de informação para os diferentes tipos de estruturas de covariância homogénea.

Tabela 3 – Critérios de informação para as estruturas de covariância homogénea

Critérios de informação	Estruturas de covariância homogénea			
	AR(1)	CS	Identidade	Toeplitz
-2 Restricted Log Likelihood	1060,347	1058,024	1060,873	1021,871
Akaike's Information Criterion (AIC)	1064,347	1062,024	1062,873	1061,871
Hurvich and Tsai's Criterion (AICC)	1064,428	1062,105	1062,900	1068,332
Bozdogan's Criterion (CAIC)	1072,381	1070,059	1066,890	1142,216
Schwarz's Bayesian Criterion (BIC)	1070,381	1068,059	1065,890	1122,216

Em concordância com os critérios AIC e BIC, os valores mínimos são observados com a estrutura definida pela matriz Identidade. Assim, os testes aos efeitos do fator adesivo, aplicados de acordo com a matriz Identidade, permitem concluir que não existem diferenças significativas entre os sistemas adesivos considerados no que respeita aos valores da resistência adesiva ($p = 0.287$) (Tabela 4).

Tabela 4 – Testes de efeito fixo tipo III
Type III Tests of Fixed Effects^a

Source	Numerator df	Denominator df	F	Sig.
Intercept	1	151	251,057	,000
Adesivo	3	151	1,269	,287

a. Dependent Variable: Mpa.

Os valores correspondentes à média da resistência adesiva (MPa) e desvio-padrão, considerando um máximo de 20 palitos por dente, estão representados na tabela 5 e figura 19, para cada um dos grupos experimentais.

Tabela 5 – Média (MPa) e desvio-padrão de cada grupo

	Média (MPa)	Desvio-padrão
FUT	10,6	7,3
SBU	12,5	8,9
EM1	11,9	10,4
EM2	7,9	7,3

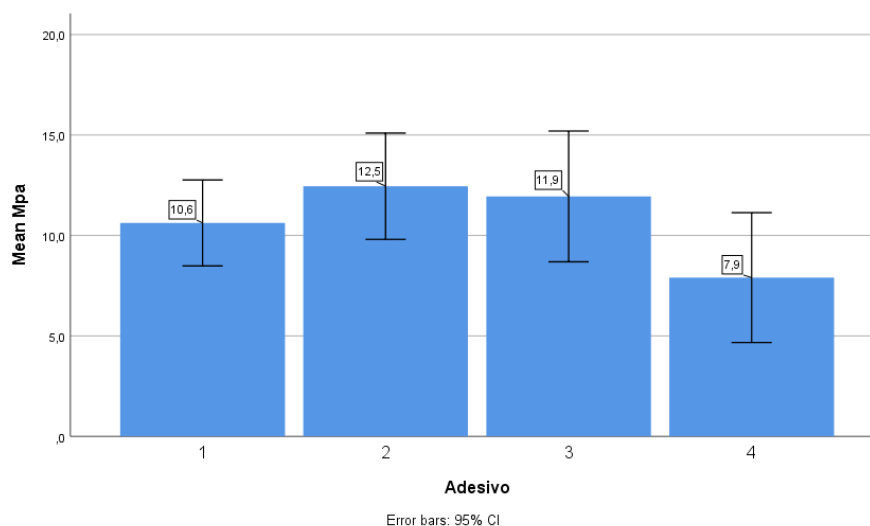


Figura 19 – Representação gráfica da média (MPa) e desvio-padrão de cada grupo. Adesivo: 1-FUT; 2-SBU; 3-EM1; 4-EM2

Os tipos de falha obtidos em cada um dos grupos experimentais estão quantificados na tabela 6, verificando-se um maior número de falhas adesivas em todos os grupos.

Tabela 6 – Quantificação dos tipos de falha em cada grupo

	Tipos de falha			
	Adesiva	Coesiva de dente	Coesiva de resina	Mista
FUT	56	8	0	11
SBU	52	10	6	5
EM1	42	13	3	7
EM2	22	1	1	1

V. DISCUSSÃO

Com a contínua evolução na área da adesão, e tentativa de simplificação dos materiais restauradores, os sistemas adesivos universais têm sido cada vez mais utilizados, permitindo ao médico dentista selecionar a estratégia adesiva mais adequada a cada situação clínica, seja uma técnica *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective enamel etching* — que combina o condicionamento ácido ao esmalte com uma estratégia *self-etch* na dentina (Da Rosa et al., 2015; Hanabusa et al., 2012; Nagarkar et al., 2019).

A constante preocupação com a utilização de materiais dentários biocompatíveis, tem vindo a questionar a incorporação do Bis-GMA nos materiais restauradores à base de resina, devido ao seu componente Bisfenol A (BPA), que poderá libertar-se e estar associado a implicações possivelmente prejudiciais para a saúde (He & Kopperud, 2018; Jun et al., 2020; Marzouk et al., 2019; Söderholm & Mariotti, 1999; Yu, Liu, & He, 2014). A procura por novos materiais sem Bis-GMA surge então como um incentivo à redução da exposição ao Bisfenol A, como uma medida de prevenção, ainda que exista uma carência de informação a nível toxicológico sobre a possível influência da exposição ao BPA e seus derivados (Fleisch et al., 2010).

Atualmente, têm sido incorporados macrómeros dendríticos na composição de alguns materiais restauradores, nomeadamente o G-IEMA (dendrímero de segunda geração derivado do isocianato etil metacrilato), que tem sido investigado como possível substituto do Bis-GMA. Este monómero tem sido incorporado em resinas compostas e, mais recentemente, foi introduzido na formulação de um sistema adesivo universal experimental (Vasconcelos e Cruz et al., 2019; Vasconcelos e Cruz et al., 2020).

O objetivo principal deste estudo foi avaliar a resistência adesiva ao esmalte de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, comparativamente a outros sistemas adesivos universais com Bis-GMA, seguindo uma estratégia adesiva *self-etch*.

Foram utilizados quatro sistemas adesivos universais, dois dos quais comerciais: o Futurabond[®] M+ (VOCO GmbH, Cuxhaven, Germany) e o Scotchbond[™] Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA); e dois sistemas adesivos experimentais previamente formulados de acordo com a composição química dos adesivos comerciais

mencionados: um com Bis-GMA (EM1) e outro com G-IEMA em substituição do Bis-GMA (EM2). Os mesmos sistemas adesivos foram utilizados por Vasconcelos e Cruz et al. (2019) e Vasconcelos e Cruz et al. (2020), que formularam e posteriormente avaliaram as propriedades físico-químicas e a adesão à dentina do sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, estando a sua patente registada em Portugal (Titular: Egas Moniz – Cooperativa de Ensino Superior, CRL). O presente trabalho seguiu a mesma linha de investigação, avaliando a adesão ao esmalte, que até então não tinha sido estudada. Neste caso, o protocolo adesivo foi realizado de acordo com uma técnica *self-etch*, tendo um protocolo *etch-and-rinse* sido estudado simultaneamente noutra estudo *in vitro*.

De acordo com a evidência científica atual está demonstrado que, no esmalte, a melhor estratégia adesiva continua a ser a utilização de ácido ortofosfórico previamente à aplicação do sistema adesivo (Van Meerbeek et al., 2020; Hanabusa et al., 2012). Vários estudos *in vitro* demonstram que os sistemas adesivos universais apresentam valores de resistência adesiva ao esmalte inferiores quando utilizados de acordo com o protocolo *self-etch* (*versus etch-and-rinse*) (Cuevas-Suárez et al., 2019; Da Rosa et al., 2015). Estes resultados são justificados pela reduzida capacidade de desmineralização de um sistema adesivo universal comparativamente ao ácido ortofosfórico, resultando numa incompleta criação de microporosidades, o que inevitavelmente reduz a microretenção do adesivo (Nagarkar et al., 2019). Ainda assim, e tendo em consideração as vantagens do condicionamento ácido no esmalte, neste estudo em particular foi efetuada uma técnica *self-etch*, pois o recente sistema adesivo não tinha até então sido estudado seguindo este protocolo.

A resistência adesiva foi avaliada recorrendo a um teste de microtração, tendo em conta que este é considerado o teste mais válido para a avaliação da resistência adesiva ao esmalte. Apesar das inúmeras vantagens previamente mencionadas, este teste é facilmente influenciado pelo protocolo de preparação dos espécimes, não só pela fragilidade dos palitos como pela possível influência da inexperiência do operador (Armstrong et al., 2010; Gallusi et al., 2009; Pashley et al., 1995).

O protocolo laboratorial deste estudo foi realizado de acordo com a norma ISO/TS 11405:2015 e o protocolo da *Academy of Dental Materials*, referido em Armstrong et al. (2017), de forma a existir uma padronização dos protocolos. Foram selecionados dez

molares hígidos extraídos há menos de seis meses, tendo em conta as possíveis alterações que podem ocorrer na dentina após a extração, que podem posteriormente influenciar os valores de resistência adesiva obtidos. Os dentes foram seccionados ao meio e cada metade de um mesmo dente foi considerada como uma unidade experimental distinta, distribuída aleatoriamente por quatro grupos experimentais (representados pelos sistemas adesivos testados), de forma a garantir a aplicação de dois sistemas adesivos distintos por dente — de acordo com o *split-tooth design*, tal como mencionado em Armstrong et al. (2017). Relativamente à preparação da amostra, após o corte longitudinal (no sentido vestibulo-lingual ou vestibulo-palatino), o esmalte das superfícies mesiais e distais foi preparado com papel abrasivo de carbetto de silício (SiC) de 600 grit até ser obtida uma superfície lisa, onde foi aplicado o sistema adesivo selecionado, conforme descrito em Vermelho et al. (2017) e De Goes et al. (2014). Após a construção dos blocos de resina, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37° durante 24h e, posteriormente, seccionados em palitos com aproximadamente 1 mm², que foram submetidos um teste de microtração numa máquina de testes universal, a uma velocidade de 0,5 mm/min, até à sua fratura.

Apenas as falhas adesivas foram consideradas na análise estatística para o cálculo da média da resistência adesiva, pois as restantes falhas não refletem a resistência da interface adesiva, mas sim a do próprio material (Scherrer et al., 2010). As falhas prévias ao teste foram incluídas no cálculo das médias com um valor estipulado (Armstrong et al., 2017). Relativamente aos tipos de falha registados, verificou-se uma predominância de falhas adesivas em todos os grupos, tal como é comum nos testes de microtração (Armstrong et al., 2010).

Os resultados obtidos conduzem à aceitação da hipótese nula, uma vez que não se verificaram diferenças estatisticamente significativas na resistência adesiva dos sistemas adesivos estudados ($p = 0.287$).

O Scotchbond™ Universal foi o sistema adesivo que obteve uma média de resistência adesiva superior, tendo o sistema adesivo experimental sem Bis-GMA (EM2) registado um valor inferior na média da resistência adesiva. Apesar destas diferenças não serem estatisticamente significativas, as mesmas podem eventualmente estar relacionadas com o facto deste último sistema adesivo ser ainda experimental, cuja formulação ainda não está completamente finalizada, sendo necessárias mais investigações de forma a

melhorar as suas propriedades físico-químicas e mecânicas. Ainda assim, os resultados obtidos devem ser interpretados cuidadosamente tendo em conta as limitações dos estudos laboratoriais, que podem não refletir o desempenho clínico dos materiais avaliados, tal como referido em Cuevas-Suárez et al. (2019).

A composição química dos sistemas adesivos pode também contribuir para as diferenças observadas neste estudo, pois, apesar de os sistemas adesivos experimentais terem sido formulados de acordo com a composição química dos adesivos comerciais, a percentagem específica de cada componente não se encontra discriminada. Além disso, o Scotchbond™ Universal contém um copolímero de ácido polialquénóico (conhecido por copolímero Vitrebond™), cujos grupos carboxílicos formam uma ligação estável aos sais de cálcio, que pode contribuir para uma adesão mais duradoura (Nagarkar et al., 2019), tal como observado no estudo de Sezinando et al. (2017), na dentina. No entanto, este copolímero pode competir com o 10-MDP, impedindo que este monómero — considerado o monómero funcional mais eficaz (Van Meerbeek et al., 2020) — se ligue ao cálcio da hidroxiapatite. Tal como referido por Carrilho et al. (2019), torna-se fundamental a seleção de sistemas adesivos que contenham 10-MDP, tal como os sistemas adesivos estudados, tendo em conta a sua estrutura molecular, o seu comportamento hidrofóbico e as características a nível da interface adesiva que favorecem a adesão. Além da importância do sistema adesivo utilizado, uma técnica operatória correta é primordial. A utilização de um protocolo *selective enamel etching* com uma correta ativação do adesivo, de forma a aumentar a impregnação dos monómeros no substrato dentário, é essencial (Carrilho et al., 2019).

Neste estudo, a maioria dos sistemas adesivos utilizados apresentaram um pH *mild* (Futurabond® M+ e adesivos experimentais), tendo o Scotchbond™ Universal registado um pH mais básico, enquadrando-se dentro da categoria dos *ultra-mild*. O pH de um sistema adesivo universal é uma propriedade relativamente importante, pois, ao mesmo tempo que é necessário um meio ácido para a dissolução da *smear layer* e *smear plugs* (abrindo os túbulos dentinários), um sistema adesivo demasiado ácido pode remover cálcio em excesso, diminuindo a sua capacidade de adesão ao 10-MDP, o que se torna particularmente importante na adesão à dentina. Apesar do bom comportamento adesivo associado aos *mild self-etch* (pH \cong 2) na dentina, estas soluções são incapazes de condicionar eficazmente o esmalte, conduzindo a uma maior infiltração marginal, sendo

imprescindível um condicionamento ácido prévio de forma a obter uma retenção micromecânica eficaz (Perdigão & Swift, 2015; Van Meerbeek et al., 2011).

Tendo em consideração que a emergência de materiais dentários sem Bis-GMA é um tema recente, e que a maioria dos estudos que existem dizem respeito à formulação de resinas compostas e não de sistemas adesivos (Yin et al., 2016; Yu, Liu, Liu, et al., 2014; Yu, Liu, & He, 2014; Yu et al., 2015), acabou por ser dificultada a comparação de resultados com outras investigações semelhantes. Além disso, ainda existem poucos estudos que avaliem a resistência adesiva ao esmalte, por microtração, dos sistemas adesivos universais comerciais utilizados. Assim sendo, foram analisadas investigações com um protocolo idêntico, que se relacionassem de alguma forma com este estudo.

No estudo de Vermelho et al. (2017), em que avaliaram a resistência adesiva de sistemas adesivos universais, tal como o Scotchbond™ Universal, seguindo ambos os protocolos adesivos (*etch-and-rinse* e *self-etch*), observaram que os valores de resistência adesiva ao esmalte, após 24h, eram superiores quando o mesmo era previamente condicionado com ácido ortofosfórico. Quando comparado o valor da média de resistência adesiva obtido para o Scotchbond™ Universal no presente estudo, com o valor referido no estudo de Vermelho et al. (2017) (após 24h, seguindo uma técnica *self-etch* no esmalte), é possível verificar que o valor obtido pelos autores acima referidos é superior. Em estudos idênticos de De Goes et al. (2014) e Pouyanfar et al. (2018), também se verificou um valor de resistência adesiva superior, para o mesmo sistema adesivo. Esta diferença de valores pode estar possivelmente relacionada com algumas diferenças a nível protocolar, como a solução de armazenamento dos dentes, que pode influenciar os valores de resistência adesiva, tal como sugerido em Gadonski et al. (2018). A diferença no tamanho da amostra, bem como a utilização de materiais distintos (resina composta, fotopolimerizador), o tempo de aplicação e secagem dos adesivos, são fatores que poderão influenciar os resultados obtidos. Além disso, os procedimentos de corte utilizados para obter palitos podem influenciar a resistência adesiva no esmalte, uma vez que este substrato tem um elevado módulo de elasticidade e fragilidade, e as lâminas de corte podem provocar *cracks* que se propagam facilmente, enfraquecendo a interface adesiva (Sadek et al., 2005).

Em relação ao sistema adesivo Futurabond® M+, até ao presente momento ainda não se encontram publicados estudos que avaliem a resistência adesiva ao esmalte

recorrendo a um teste de microtração. Os estudos de Wagner et al. (2014) e Vasconcelos e Cruz et al. (2020), são efetivamente os que apresentam os protocolos mais idênticos, no entanto, os mesmos avaliam a resistência adesiva à dentina, e não ao esmalte.

No estudo de Vasconcelos e Cruz et al. (2020), em que avaliaram a resistência adesiva à dentina, por microtração, utilizando os mesmos sistemas adesivos da presente investigação (seguindo ambos os protocolos: *etch-and-rinse* e *self-etch*), também não foram verificadas diferenças significativas entre os sistemas adesivos estudados, sugerindo que o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA poderia ser utilizado eficazmente na dentina.

Além dos estudos de Vasconcelos e Cruz et al. (2019) e Vasconcelos e Cruz et al. (2020), foram apenas encontrados mais dois estudos relativos a sistemas adesivos sem Bis-GMA. No estudo de Perdigão et al. (2011), avaliaram a resistência adesiva ao esmalte (μ TBS), após termociclagem, do sistema adesivo Ambar APS (FGM), obtendo resultados idênticos na média da resistência adesiva, quando comparado com os restantes sistemas adesivos com Bis-GMA avaliados. O sistema Ambar APS (FGM) é um sistema *etch-and-rinse* de 2 passos que contém o monómero UDMA em substituição do Bis-GMA. Noutro estudo, foi analisada a resistência adesiva à dentina, por microtração, do sistema adesivo universal Ambar Universal APS (FGM), quando acrescentadas partículas de zinco e cobre (que se acredita terem algumas propriedades antibacterianas e contribuir para a redução da atividade das metaloproteinases da matriz, preservando a adesão ao substrato dentário). No entanto, estes sistemas adesivos ainda são muito recentes no mercado e são necessárias mais investigações.

Por fim, devem ser consideradas as vantagens que o sistema adesivo universal sem Bis-GMA demonstrou na adesão à dentina, no estudo de Vasconcelos e Cruz et al. (2020), devido à complexa estrutura dendrítica do G-IEMA que permite a formação de uma rede de *resin tags* com ramificações laterais, o que contribui para uma maior retenção micromecânica do adesivo. Adicionalmente, a maior impregnação do adesivo na estrutura dentinária, juntamente com o maior grau de polimerização (conversão de monómero) associados ao G-IEMA, permite a formação de uma camada híbrida espessa reforçada pela rede de *resin tags* (Vasconcelos e Cruz et al., 2020). Assim, ainda que no esmalte seja necessário um condicionamento ácido prévio de forma a obter uma adesão

forte e duradoura, o sistema adesivo universal sem Bis-GMA utilizado neste estudo poderá demonstrar bons resultados se for aplicado de acordo com uma técnica *selective enamel etching*, tal como sugerido por diversos autores para outros sistemas adesivos universais (Carrilho et al., 2019; De Goes et al., 2014; Pouyanfar et al., 2018; Vermelho et al., 2017).

VI. CONCLUSÕES

Ainda que este estudo apresente limitações, considerando os resultados obtidos, é possível concluir que:

- Os quatro sistemas adesivos universais estudados (Futurabond[®] M+, Scotchbond[™] Universal, Sistema adesivo universal experimental com Bis-GMA e Sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA) não demonstraram diferenças estatisticamente significativas entre si, relativamente à resistência adesiva ao esmalte quando aplicada a estratégia adesiva *etch-and-dry*;

- É possível utilizar o sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA com uma força de resistência adesiva, ao esmalte, idêntica a outros sistemas adesivos universais com Bis-GMA;

- O comportamento do sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA revela-se promissor e deve ser alvo de futuras investigações.

6.1. Relevância Clínica

Com a contínua evolução dos materiais dentários restauradores, e constante procura por materiais que sejam biocompatíveis, tem vindo a ser questionada a composição de alguns destes materiais devido, essencialmente, ao componente Bisfenol A, que faz parte da composição de um dos monómeros de resina mais utilizados, o Bis-GMA. Surge, portanto, a necessidade de investigação nesta área, com o objetivo de introduzir novos materiais à base de resina, que sejam *Bis-GMA free*. A investigação deste tema tem conduzido à formulação de resinas compostas com monómeros alternativos em substituição do Bis-GMA. No entanto, com o progresso na área da adesão, torna-se essencial a extensão desta investigação para a área dos sistemas adesivos.

Assim, os resultados obtidos neste estudo representam um progresso relevante na formulação de materiais dentários mais biocompatíveis, tendo em consideração a escassa oferta de sistemas adesivos sem Bis-GMA que existe atualmente no mercado.

6.2. Perspetivas Futuras

Tendo em consideração que, atualmente, ainda existem poucos estudos publicados relativamente à formulação de sistemas adesivos sem Bis-GMA, será relevante em futuras investigações:

- Avaliar a resistência adesiva a longo prazo, deste sistema adesivo experimental sem Bis-GMA e de outras novas formulações que possam surgir;
- Procurar mais monómeros alternativos que possam vir a substituir o Bis-GMA na composição de sistemas adesivos;
- Continuar a investigar a resistência adesiva ao esmalte dos diferentes sistemas adesivos universais existentes no mercado, de forma a facilitar a posterior comparação de resultados entre sistemas adesivos com e sem Bis-GMA.

VII. BIBLIOGRAFIA

- Alex, G. (2015). Universal adhesives: The next evolution in adhesive dentistry? *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 36(1).
- Anusavice, K. J., Shen, C., & Rawls, H. R. (2013). *Phillips' science of dental materials* (12.^a ed.). Elsevier.
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>
- Armstrong, S., Geraldeli, S., Maia, R., Raposo, L. H. A., Soares, C. J., & Yamagawa, J. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of «micro» bond strength test methods. *Dental Materials*, 26(2), 50–62. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.155>
- Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. <https://doi.org/10.1177/00220345550340060801>
- Buonocore, M. G., Matsui, A., & Gwinnett, A. J. (1968). Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. *Archives of Oral Biology*, 13(1), 61–70. [https://doi.org/10.1016/0003-9969\(68\)90037-X](https://doi.org/10.1016/0003-9969(68)90037-X)
- Carrilho, E., Cardoso, M., Ferreira, M. M., Marto, C. M., Paula, A., & Coelho, A. S. (2019). 10-MDP based dental adhesives: Adhesive interface characterization and adhesive stability-A systematic review. *Materials*, 12(5), 1–18. <https://doi.org/10.3390/ma12050790>
- Chiego, D. (2019). *Essentials of oral histology and embryology: A clinical approach* (5.^a ed.). Elsevier.
- Cuevas-Suárez, C. E., da Rosa, W. L. de O., Lund, R. G., da Silva, A. F., & Piva, E. (2019). Bonding performance of universal adhesives: An updated systematic review and meta-analysis. *Journal of Adhesive Dentistry*, 21(1), 7–26. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a41975>
- Da Rosa, W. L. de O., Piva, E., & Da Silva, A. F. (2015). Bond strength of universal

- adhesives: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*, 43(7), 765–776. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.003>
- De 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>
- De Munck, J., Mine, A., Van den Steen, P. E., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Opdenakker, G., & Van Meerbeek, B. (2010). Enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces produced by mild self-etch adhesives. *European Journal of Oral Sciences*, 118(5), 494–501. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2010.00758.x>
- De Munck, J., Van Den Steen, P. E., Mine, A., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Opdenakker, G., & Van Meerbeek, B. (2009). Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. *Journal of Dental Research*, 88(12), 1101–1106. <https://doi.org/10.1177/0022034509346952>
- Erickson, R. L., Barkmeier, W. W., & Latta, M. A. (2009). The role of etching in bonding to enamel: A comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dental Materials*, 25(11), 1459–1467. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.07.002>
- Fleisch, A. F., Sheffield, P. E., Chinn, C., Edelstein, B. L., & Landrigan, P. J. (2010). Bisphenol A and related compounds in dental materials. *Pediatrics*, 126(4), 760–768. <https://doi.org/10.1542/peds.2009-2693>
- Floyd, C. J. E., & Dickens, S. H. (2006). Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dental Materials*, 22(12), 1143–1149. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.10.009>
- Fusayama, T. (1992). Total etch technique and cavity isolation. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 4(4), 105–109. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.1992.tb00674.x>
- Fusayama, T., Nakamura, M., Kurosaki, N., & Iwaku, M. (1979). Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *Journal of Dental Research*, 58(4), 1364–1370. <https://doi.org/10.1177/00220345790580041101>
- Gadonski, A. P., Maran, B. M., De Andrade, G. S., Nufel, F. S., & Schmitt, V. L.

- (2018). Avaliação do efeito de soluções de armazenamento sobre a resistência da união adesiva à dentina de dentes bovinos sob microcisalhamento – pesquisa in vitro. *Revista de Odontologia da UNESP*, 47(6), 354–359. <https://doi.org/10.1590/1807-2577.08318>
- 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), 19–25. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201902578>
- Goldberg, M., Kulkarni, A. B., Young, M., & Boskey, A. (2011). Dentin: Structure, composition and mineralization: The role of dentin ECM in dentin formation and mineralization. *Frontiers in bioscience - Elite Ed*, 3, 711–735.
- Hanabusa, M., Mine, A., Kuboki, T., Momoi, Y., Van Ende, A., Van Meerbeek, B., & De Munck, J. (2012). Bonding effectiveness of a new «multi-mode» adhesive to enamel and dentine. *Journal of Dentistry*, 40(6), 475–484. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.02.012>
- He, J., & Kopperud, H. M. (2018). Preparation and characterization of Bis-GMA-free dental composites with dimethacrylate monomer derived from 9,9-Bis[4-(2-hydroxyethoxy)phenyl]fluorene. *Dental Materials*, 34(7), 1003–1013. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.03.007>
- Hilton, T. J., Ferracane, J. L., & Broome, J. C. (2013). *Summitt's fundamentals of operative dentistry* (4.^a ed.). Quintessence Publishing.
- ISO/TS 11405:2015 (2015). ISO. Disponível em: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:ts:11405:ed-3:v1:en>.
- Jun, S. K., Cha, J. R., Knowles, J. C., Kim, H. W., Lee, J. H., & Lee, H. H. (2020). Development of Bis-GMA-free biopolymer to avoid estrogenicity. *Dental Materials*, 36(1), 157–166. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.11.016>
- Loguercio, A. D., & Reis, A. (2008). Application of a dental adhesive using the self-etch and etch-and-rinse approaches: An 18-month clinical evaluation. *Journal of the American Dental Association*, 139(1), 53–61. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.2008.0021>
- Magne, P., & Douglas, W. H. (1999). Optimization of resilience and stress distribution

- in porcelain veneers for the treatment of crown-fractured incisors. *The International Journal of Periodontics & Restorative Dentistry*, 19(6), 543–553.
- Marshall, S. J., Bayne, S. C., Baier, R., Tomsia, A. P., & Marshall, G. W. (2010). A review of adhesion science. *Dental Materials*, 26(2), 10–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.157>
- Marzouk, T., Sathyanarayana, S., Kim, A. S., Seminario, A. L., & McKinney, C. M. (2019). A systematic review of exposure to Bisphenol A from dental treatment. *JDR Clinical and Translational Research*, 4(2), 106–115. <https://doi.org/10.1177/2380084418816079>
- Moszner, N., & Salz, U. (2001). New developments of polymeric dental composites. *Progress in Polymer Science (Oxford)*, 26(4), 535–576. [https://doi.org/10.1016/S0079-6700\(01\)00005-3](https://doi.org/10.1016/S0079-6700(01)00005-3)
- Nagarkar, S., Theis-Mahon, N., & Perdigão, J. (2019). Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *Journal of Biomedical Materials Research - Part B Applied Biomaterials*, 107(6), 2121–2131. <https://doi.org/10.1002/jbm.b.34305>
- Nanci, A. (2017). *Ten cate's oral histology: Development, structure and function* (9.^a ed.). Elsevier. [https://doi.org/10.1016/0278-2391\(90\)90217-p](https://doi.org/10.1016/0278-2391(90)90217-p)
- Papakonstantinou, A. E., Eliades, T., Cellesi, F., Watts, D. C., & Silikas, N. (2013). Evaluation of UDMA's potential as a substitute for Bis-GMA in orthodontic adhesives. *Dental Materials*, 29(8), 898–905. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.05.007>
- Pashley, D. H., Carvalho, R. M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y., Fernandes, C. A., & Tay, F. (1999). The microtensile bond test: A review. *The journal of adhesive dentistry*, 1(4), 299–309. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/11725659>
- Pashley, D. H., Sano, H., Ciucchi, B., Yoshiyama, M., & Carvalho, R. M. (1995). Adhesion testing of dentin bonding: A review. *Dental Materials*, 11(March), 117–125. [https://doi.org/10.1016/0109-5641\(95\)80046-8](https://doi.org/10.1016/0109-5641(95)80046-8)
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental*

- Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Perdigão, J., & Geraldeli, S. (2003). Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 15(1), 32–42. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2003.tb00280.x>
- Perdigão, J. (2007). New developments in dental adhesion. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 333–357. <https://doi.org/10.1016/j.cden.2007.01.001>
- Perdigão, J., Gomes, G., & Sezinando, A. (2011). Bonding ability of three ethanol-based adhesives after thermal fatigue. *American Journal of Dentistry*, 24(3), 159–164.
- Perdigão, J., & Loguercio, A. D. (2014). Universal or multi-mode adhesives: Why and how? *The journal of adhesive dentistry*, 16(2), 193–194. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a31871>
- Perdigão, J., & Swift, E. J. (2015). Universal adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(6), 331–334. <https://doi.org/10.1111/jerd.12185>
- 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>
- Ritter, A. V., Boushell, L. W., & Walter, R. (2019). *Sturdevant's art and science of operative dentistry* (7.^a ed.). Elsevier.
- Roeder, L., Pereira, P. N. R., Yamamoto, T., Ilie, N., Armstrong, S., & Ferracane, J. (2011). Spotlight on bond strength testing - Unraveling the complexities. *Dental Materials*, 27(12), 1197–1203. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.08.396>
- Ross, M., & Pawlina, W. (2016). *Histology: A text and atlas* (7.^a ed.). Harper & Row.
- Sadek, F., Monticelli, F., Muench, A., Ferrari, M & Cardoso, P. (2005). A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. *Journal of biomedical materials research. Part B, Applied biomaterials*, 7(14). <https://doi.org/10.1002/jbm.b.30447>
- Salz, U., Zimmermann, J., Zeuner, F., & Moszner, N. (2005). Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *The journal of adhesive dentistry*, 7(2), 107–116.

<https://doi.org/10.3290/j.jad.a10282>

- 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. [https://doi.org/10.1016/0109-5641\(94\)90067-1](https://doi.org/10.1016/0109-5641(94)90067-1)
- Scherrer, S. S., Cesar, P. F., & Swain, M. V. (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: A critical literature review. *Dental Materials*, *26*(2). <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.12.002>
- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive - A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria e Cirurgia Maxilofacial*, *55*(4), 194–206. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Sezinando, A., Perdigão, J., & Ceballos, L. (2017). Long-term In Vitro Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Dentin. *The journal of adhesive dentistry*, *19*(4), 305–316. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a38895>
- Shahmoradi, M., Bertassoni, L. E., Elfallah, H. M., & Swain, M. (2014). Advances in calcium phosphate biomaterials. Em B. Ben-nissan (Ed.), *Advances in calcium phosphate biomaterials* (2.^a ed., Vol. 2, pp. 511–547). Springer. <https://doi.org/10.1007/978-3-642-53980-0>
- Sirisha, K., Rambabu, T., Ravishankar, Y., & Ravikumar, P. (2014). Validity of bond strength tests: A critical review-Part II. *Journal of Conservative Dentistry*, *17*(5), 420–426. <https://doi.org/10.4103/0972-0707.139823>
- Söderholm, K. J., & Mariotti, A. (1999). BIS-GMA-based resins in dentistry: Are they safe? *Journal of the American Dental Association*, *130*(2), 201–209. <https://doi.org/10.14219/jada.archive.1999.0169>
- Sofan, E., Sofan, A., Palaia, G., Tenore, G., Romeo, U., & Migliau, G. (2017). Classification review of dental adhesive systems: From the IV generation to the universal type. *Annali di Stomatologia*, *VIII*(1), 1–17.
- Van Landuyt, K. L., De Munck, J., Snauwaert, J., Coutinho, E., Poitevin, A., Yoshida, Y., Inoue, S., Peumans, M., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005). Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *Journal of Dental Research*, *84*(2), 183–188. <https://doi.org/10.1177/154405910508400214>

- Van Landuyt, K. L., Peumans, M., De Munck, J., Lambrechts, P., & Meerbeek, B. Van. (2006). Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dental Materials*, 22(6), 533–544. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2005.05.010>
- Van Landuyt, K. L., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., Coutinho, E., Suzuki, K., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28(26), 3757–3785. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.04.044>
- Van Landuyt, K. L., Yoshida, Y., Hirata, I., Snauwaert, J., De Munck, J., Okazaki, M., Suzuki, K., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B. (2008). Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *Journal of Dental Research*, 87(8), 757–761. <https://doi.org/10.1177/154405910808700804>
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28(3), 215–235.
- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2), 100–121. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Van Landuyt, K., Yoshida, Y., & Peumans, M. (2020). From buonocore's pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives. A status perspective of rapidly advancing dental adhesive technology. *The journal of adhesive dentistry*, 22(1), 7–34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a43994>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 17–28. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023>
- Vasconcelos e Cruz, J., Brito, J., Polido, M., & Gonçalves, L. L. (2019). A new experimental adhesive system containing G-IEMA—physicochemical properties. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 33(4), 418–432. <https://doi.org/10.1080/01694243.2018.1539154>
- Vasconcelos e Cruz, J., Polido, M., Brito, J., & Gonçalves, L. L. (2020). Dentin bonding and SEM analysis of a new experimental universal adhesive system

- containing a dendrimer. *Polymers*, 12(2). <https://doi.org/10.3390/polym12020461>
- 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. <https://doi.org/10.1007/s00784-016-1966-1>
- Viljanen, E. K., Skrifvars, M., & Vallittu, P. K. (2007). Dendritic copolymers and particulate filler composites for dental applications: Degree of conversion and thermal properties. *Dental Materials*, 23(11), 1420–1427. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.11.028>
- Von Fraunhofer, J. A. (2012). Adhesion and cohesion. *International Journal of Dentistry*, February 2012. <https://doi.org/10.1155/2012/951324>
- 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>
- Yao, C., Yu, J., Wang, Y., Tang, C., & Huang, C. (2018). Acidic pH weakens the bonding effectiveness of silane contained in universal adhesives. *Dental Materials*, 34(5), 809–818. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.02.004>
- Yin, M., Liu, F., & He, J. (2016). Preparation and characterization of Bis-GMA free dental resin system with synthesized dimethacrylate monomer TDDMMA derived from tricyclo[5.2.1.0(2,6)]-decanedimethanol. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 57, 157–163. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2015.11.020>
- Yoshida, Y., Nagakane, K., Fukuda, R., Nakayama, Y., Okazaki, M., Shintani, H., Inoue, S., Tagawa, Y., Suzuki, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2004). Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *Journal of Dental Research*, 83(6), 454–458. <https://doi.org/10.1177/154405910408300604>
- Yoshida, Y., Yoshihara, K., Nagaoka, N., Hayakawa, S., Torii, Y., Ogawa, T., Osaka, A., & Meerbeek, B. Van. (2012). Self-assembled nano-layering at the adhesive interface. *Journal of Dental Research*, 91(4), 376–381. <https://doi.org/10.1177/0022034512437375>
- Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek,

- B. (2018). Etching efficacy of self-etching functional monomers. *Journal of Dental Research*, 97(9), 1010–1016. <https://doi.org/10.1177/0022034518763606>
- Yu, B., Liu, D., Liu, F., & He, J. (2014). Preparation and characterization of light-cured dental resin without methacrylate monomers derived from Bisphenol A. *Advances in Polymer Technology*, 33(3), 1–6. <https://doi.org/10.1002/adv.21417>
- 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>

ANEXOS

Anexo I (Comissão de Ética)

Comissão de Ética EGAS MONIZ



Proc. Interno nº 826

Ex.ma Senhora
Filipa Branco da Silva

Monte de Caparica, 16 de janeiro de 2020

Ex.ma Senhora,

Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado “**Resistência adesiva ao esmalte de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, na vertente self-etch**”, foi aprovado por unanimidade.

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz

Profª. Doutora Maria Fernanda de Mesquita

Anexo II (Banco de Dentes)



**Declaração da Direção Clínica para cedência de dentes do
BDH para realização do trabalho de projeto final do Mestrado
Integrado de Medicina Dentária**

Código | IMP.CDEM.04_01

IDENTIFICAÇÃO DO ESTUDANTE: Filipa Branco da Silva

TÍTULO DO TRABALHO: Resistência adesiva ao esmalte de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, na vertente *self-etch*

Excelentíssima Professora Doutora Fernanda de Mesquita – Presidente da Comissão de Ética,

O(a) aluno(a) Filipa Branco da Silva pode utilizar dentes (20) molares do Banco de Dentes Humanos (BDH) da Clínica Dentária Egas Moniz (CDEM).

Aguardo a aprovação da Comissão Científica e da Comissão de Ética, para cedência dos dentes.

Atenciosamente, com os melhores cumprimentos

Monte da Caparica, janeiro de 2020

Direção Clínica

Anexo III (Laboratório de Biomateriais)



Declaração para Autorização de realização de trabalho de projeto final do Mestrado Integrado em Medicina Dentária no Biomaterials Lab

Identificação do Estudante: Filipa Branco da Silva

Título do Trabalho: Resistência adesiva ao esmalte de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, na vertente *self-etch*

Excelentíssima Professora Doutora Fernanda de Mesquita,

A/O aluna/o Filipa Branco da Silva, pode utilizar o Biomaterials Lab, para realização do projeto final do MIMD, intitulado de Resistência adesiva ao esmalte de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, na vertente *self-etch*, orientado pelo (a) Professor (a) Ana Mano Azul.

Aguardo a aprovação da Comissão Científica e da Comissão de Ética, para cedência das instalações de acordo com o normal funcionamento do Laboratório e dentro de horário a estipular para cada projeto.

Atenciosamente,

Com os melhores cumprimentos,

Monte da Caparica, 10 de Dezembro de 2019

Mário Cruz Polido

Diretor do Biomaterials Lab

Resistência adesiva ao esmalte de um sistema adesivo universal experimental sem Bis-GMA, na vertente self-etch