



**INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
EGAS MONIZ**

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

**ESTUDO IN VITRO DA RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA,
POR MICROTRAÇÃO, DE SISTEMAS ADESIVOS SELF-ETCH E
UNIVERSAIS**

Trabalho submetido por
Carolina Beatriz Gomes Simões Rodrigues Dias
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Setembro de 2016



INSTITUTO SUPERIOR DE CIÊNCIAS DA SAÚDE EGAS MONIZ

MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA

ESTUDO IN VITRO DA RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA, POR MICROTRAÇÃO, DE SISTEMAS ADESIVOS SELF-ETCH E UNIVERSAIS

Trabalho submetido por
Carolina Beatriz Gomes Simões Rodrigues Dias
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por
Prof. Doutor Mário Polido

Setembro de 2016

*“Sem sonhos, a vida não tem brilho.
Sem metas, os sonhos não têm alicerces.
Sem prioridades, os sonhos não se tornam reais”*

Augusto Cury

Agradecimentos

A consecução deste trabalho contou com o apoio imprescindível de algumas pessoas, a quem expresso os meus sinceros agradecimentos.

Ao meu orientador, Prof. Doutor Mário Polido, pela pronta disponibilidade, pelos conselhos e orientação neste percurso e, sobretudo, pela força e incentivo que me transmitiu durante a prossecução deste projeto, sendo, sem dúvida, essencial na concretização do mesmo.

À prof.^a Doutora Ana Azul, pelo material que me disponibilizou e, sobretudo, por todos os ensinamentos que me transmitiu e pelo interesse que suscitou em mim relativamente a esta área.

Ao Prof. Doutor José João Mendes, também pelo material que disponibilizou e pelo incentivo permanente à nossa formação e diferenciação.

Ao Prof. Doutor José Brito pelo auxílio crucial na análise estatística deste trabalho.

Aos meus pais, que garantiram, pese embora os diversos obstáculos, o culminar de mais um ciclo académico e pessoal e que sempre acreditaram em mim.

Ao Pedro, o meu namorado e melhor amigo, pela paciência que teve em aturar todas as minhas épocas de exame, por tudo.

À Andreia, à Bruna, à Daniela e à Inês, as colegas que fiz e as maiores amigas em que se tornaram, por serem o meu grande apoio no decurso destes longos e, por vezes, penosos, anos. À Bruna, mais do que parceira de box, a amiga, por todos os ensinamentos que partilhou comigo.

Resumo

Objetivo: Avaliar a resistência adesiva à dentina, por microtração (μ TBS), de sistemas adesivos *self-etch* e universais recentemente introduzidos no mercado.

Materiais e Métodos: 30 molares humanos hígidos, foram aleatoriamente distribuídos por dez grupos (n=3): (1) FL1, OptibondTM FL, 24h; (2) FL2, 3m; (3) SEP1, Clearfil SE Protect, 24h; (4) SEP2, 3m; (5) S3B1, Clearfil S3 Bond Plus, 24h; (6) S3B2, 3m; (7) FMER1, Futurabond M+ na aplicação *etch-and-rinse*, 24h; (8) FMER2, 3m; (9) FMSE1, Futurabond M+ na aplicação *self-etch*, 24h; (10) FMSE2, 3m. Após a exposição da dentina superficial e simulação da *smear layer* com um papel abrasivo de 600-grit de carboneto de silício (SiC), construíram-se blocos de resina composta (Filtek Z250), em incrementos de 2 mm até 6 a 8 mm de altura. Após armazenamento em água destilada a 37°C, durante 24h ou 3 meses consoante o grupo, as amostras foram seccionadas em palitos de 1 mm² e o teste de microtração foi realizado a uma velocidade de 0,5 mm/min numa máquina de testes universal. Os dados foram analisados pela ANOVA *two-way* (p<0.05) e teste dos contrastes planeados.

Resultados: Os valores de μ TBS do SEP são estatisticamente superiores aos restantes adesivos, às 24h e 3 meses, sendo que essas diferenças se acentuam aos 3 meses. O FL apresenta valores de μ TBS significativamente superiores aos FMER e FMSE, às 24 horas e 3 meses, e não apresenta diferenças em relação ao adesivo S3B em nenhum dos momentos.

Conclusões: O SEP foi o adesivo que apresentou, nos dois períodos de avaliação, valores de resistência adesiva à dentina mais elevados. Já o adesivo FL apresentou uma performance igual à do S3B, às 24h e aos 3 meses, mas superior à do adesivo universal nas suas duas vertentes de aplicação (FMER e FMSE) em todos os momentos de avaliação.

Palavras-chave: adesão, dentina, resistência adesiva, microtração

Abstract

Objective: To evaluate the microtensile bond strength (μ TBS) to dentin of *self-etch* and universal adhesives recently introduced.

Materials and Methods: 30 extracted caries-free human teeth were randomly assigned to ten groups (n=3): (1) FL1, OptibondTM FL, 24h; (2) FL2, 3m; (3) SEP1, Clearfil SE Protect, 24h; (4) SEP2, 3m; (5) S3B1, Clearfil S3 Bond Plus, 24h; (6) S3B2, 3m; (7) FMER1, Futurabond M+ applied as *etch-and-rinse*, 24h; (8) FMER2, 3m; (9) FMSE1, Futurabond M+ applied as *self-etch*, 24h; (10) FMSE2, 3m. Superficial dentin surface was exposed and then ground with 600-grit SiC paper in order to simulate a *smear layer*. Resin composite build-ups with Filtek Z250 were constructed incrementally, in 2 mm increments, up to 6 and 8 mm. After the specimens had been stored in distilled water at 37 °C for 24 hour or 3 months depending on the group, the composite/dentin beams were prepared with 1mm² and μ TBS was performed at a crosshead speed of 0,5 mm/min in a universal testing machine. Data were analyzed with ANOVA two-way (p<0.05) and planned contrasts test.

Results: The SEP μ TBS values are statistically stronger than the other adhesives, at 24 and 3 months, and these differences are accentuated at 3 months. FL has μ TBS values significantly higher than FMER and FMSE, at 24 hours and 3 months, and shows no differences from the S3B adhesive on any moments.

Conclusions: The SEP was the adhesive that presented higher microtensile bond strength to dentin, in both evaluation periods. FL already presented an equal performance to the S3B, at 24 and 3 months, but better than the universal adhesive in its two application modes (FMER and FMSE) at the two periods of time.

Key words: adhesion, dentin, dentin bond strength, microtensile.

ÍNDICE GERAL

I.	INTRODUÇÃO.....	13
	1. Substratos Dentários.....	15
	1.1. Esmalte.....	15
	1.2. Dentina.....	16
	1.2.1. Dentina esclerótica.....	19
	1.2.2. Dentina desmineralizada.....	19
	2. <i>Smear layer</i>	20
	3. Adesão.....	22
	3.1. Adesão ao Esmalte.....	24
	3.2. Adesão à Dentina.....	25
	4. Características dos Sistemas Adesivos.....	27
	4.1. Sistemas adesivos <i>etch-and-rinse</i>	29
	4.2. Sistemas adesivos <i>self-etch</i>	32
	4.3. Sistemas adesivos universais.....	36
	5. Degradação da interface adesiva.....	39
	6. Testes de avaliação da resistência adesiva.....	42
	6.1. Norma ISSO/TS 11405:2015.....	42
	6.2. Testes de Microtração.....	42
	7. Eenvelhecimento de amostras.....	44
II.	OBJETIVOS.....	47
	1. Hipóteses de Estudo.....	47
III.	MATERIAIS E MÉTODOS.....	49
IV.	RESULTADOS.....	57
	1. Exposição dos dados obtidos.....	57
	2. Estatística descritiva.....	59
V.	DISCUSSÃO.....	61
	1. Relevância Clínica.....	68
VI.	CONCLUSÃO.....	69
	1. Perspetivas Futuras.....	69
VII.	BIBLIOGRAFIA.....	71
VIII.	ANEXOS	

Índice de Figuras

Figura 1 - Imagem ilustrativa da menor percentagem de túbulos dentinários (túbulos/mm ²) existente à superfície da dentina, em comparação com a dentina em profundidade. A quantidade é ainda mais reduzida ao nível da dentina radicular. A permeabilidade da dentina está dependente do tamanho e do número de túbulos existentes (Pashley, Pashley, Carvalho, & Tay, 2002).	17
Figura 2 - Imagem obtida por microscopia eletrónica de varrimento (SEM), mostrando uma camada de <i>smear leyer</i> (aproximadamente 1µm) que cobre toda a superfície dentinária bem como um <i>smear plug</i> projetado em alguns µm para o interior do túbulo dentinário, ocluindo o mesmo (Van Landuyt <i>et al.</i> , 2005).	21
Figura 3 - Imagem obtida por SEM, revelando o aspeto típico da <i>smear layer</i> dentinária (Alex, 2015).	22
Figura 4 - Imagem obtida por SEM mostrando projeções da <i>smear layer</i> e <i>smear plugs</i> para o interior dos túbulos dentinários (Perdigão, 2007).	22
Figura 5 - Imagem obtida por SEM da dentina condicionada com ácido ortofosfórico a 37%, durante 15 segundos, lavada e seca (Alex, 2015).	22
Figura 6 - Imagem obtida por SEM da dentina depois de aplicado ácido ortofosfórico a 40%, durante 15 segundos (Perdigão, 2007).	22
Figura 7 - (A) Imagem da superfície irregular do esmalte após aplicação de ácido ortofosfórico a 35%, durante 15 segundos. (B) Prisma de esmalte após o condicionamento do esmalte com ácido ortofosfórico a 35%. São notórias as microporosidades do esmalte (Perdigão, 2002).	25
Figura 8 - Imagem obtida por SEM da interface esmalte-resina. A penetração do adesivo para o interior do esmalte origina os <i>microtags</i> de resina (Perdigão, 2002).	25
Figura 9 - Imagem obtida por SEM onde se observa a impregnação do adesivo nos túbulos dentinários e a formação da camada híbrida (setas) numa interface restauração (R)/dentina (D) (Cavalheiro & Ramos, 2009).	26
Figura 10 - Imagem com maior ampliação onde se visualiza a camada híbrida (ZM), o aspeto afunilado dos prolongamentos de resina nos túbulos (T) e as anastomoses intertubulares (setas) (Cavalheiro & Ramos, 2009).	26
Figura 11 - Imagem da interface adesiva onde se consegue observar a camada híbrida e <i>resin tags</i> (Alex, 2015).	27

Figura 12 - Esquema ilustrativo das estratégias adesivas contemporâneas (Sezinando, 2014).	29
Figura 13 - Esquema da adesão à dentina de uma restauração adesiva a resina composta de acordo com a estratégia adesiva <i>etch-and-rinse</i> (Perdigão <i>et al.</i> , 2013a).	29
Figura 14 - Esquema da adesão à dentina de uma restauração adesiva a resina composta de acordo com a estratégia adesiva <i>self-etch</i> (Perdigão <i>et al.</i> , 2013a).	33
Figura 15 - Dente colado com cera colante à base acrílica e delimitado com 2 traços correspondentes à localização dos futuros cortes perpendiculares.	51
Figura 16 - Base acrílica posicionada no micrótomo (Struers, Ballerup, Dinamarca) para a realização do primeiro corte.	51
Figura 17 - Micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca).	51
Figura 18 - Máquina de polir (LaboPol-4, Struers, Dinamarca).	51
Figura 19 - Polimento com lixa SiC de grão 600 para simular a <i>smear layer</i>	51
Figura 20 - Sequência de aplicação do sistema adesivo no grupo FL (A - Exposição da dentina superficial, após polimento; B e C - Aplicação de ácido ortofosfórico; D – Lavagem após condicionamento ácido; E - Secagem da superfície dentária com ar; F- Aplicação do <i>primer</i> ; G - Secagem; H - Aplicação do <i>bond</i> ; I - Fotopolimerização do adesivo).	52
Figura 21 - Ácido ortofosfórico (Scotchbond Etchant; 3M ESPE, Seefeld, Alemanha).	53
Figura 22 - Resina Filtek Z250, cor A2 (3M ESPE, Seefeld, Alemanha).	53
Figura 23 - Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Middleton, WI, EUA).	54
Figura 24 - Medição da altura do bloco de resina composta.	54
Figura 25 - Bloco de resina preparado.	54
Figura 26 - Estufa de incubação (Memmert INE 400, Schwabach, Alemanha).	54
Figura 27 - Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tóquio, Japão).	54
Figura 28 - Amostra seccionada nos sentidos mesio-distal e vestibulo-lingual.	55
Figura 29 - Palitos colados com cola de cianocrilato a jigs de aço inoxidável.	55
Figura 30 - Fratura do palito após aplicação de força.	55
Figura 31 - Palitos armazenados em compressa humedecida com água destilada.	55
Figura 32 - Esquema representativo da preparação das amostras - μ TBS (Shinohara <i>et al.</i> , 2009).	56

Figura 33 – Resumo das médias em MPa e desvio padrão de cada grupo às 24h. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$	58
Figura 34 – Resumo das médias em MPa e desvio padrão de cada grupo aos 3 meses. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$	58
Figura 35 – Resumo das variações da resistência adesiva entre as 24 horas e os 3 meses, para cada tipo de adesivo. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$	58
Figura 36 – Gráfico ilustrativo do número e tipo de fraturas dos grupos amostrais.	59

Índice de Tabelas

Tabela 1 - Composição dos materiais dentários utilizados.	50
Tabela 2 - Divisão dos grupos de acordo com o tipo de sistema adesivo utilizado e tempo de armazenagem.	50
Tabela 3 - Indicações dos fabricates para aplicação dos sistemas adesivos.	53
Tabela 4 - Esquema representativo da classificação dos tipos de fratura. R - Resina composta; D - dentina.	56
Tabela 5 - Resumo das médias em MPa, desvio padrão e número de amostras de cada grupo. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$).	57

Lista de Siglas

BHT - hidroxitolueno butilado

Bis-EMA – bisfenol A etoxilado dimetacrilato

Bis-GMA – bisfenol A glicidil metacrilato

CQ - canforoquinona

EDMAB – 4-etil-dimetilaminobenzoato

GPDM - glicerol fosfato dimetacrilato

HEMA – 2-hidroxietil metacrilato

JAD – junção amelo-dentinária

10-MDP – 10-metacriloxietil dihidrogenofosfato

12-MDPB – 12- brometo de metacriloiloxidodecilpiridínio

4-MET – 4-metacriloxietil trimelítico

MMEP - mono-2-(metacriloiloxi) ftalato de etilo

MMPs – metaloproteinases da matriz dentinária

MSDS - *material safety data sheet*

MPa – megapascal

ODMAB - 2-(etilhexil)-4-(dimetilamino) benzoato

SEM – Microscopia eletrónica de varrimento

TEGDMA – trietilenoglicol dimetacrilato

μ TBS – microtração

UDMA – uretano dimetacrilato

I. INTRODUÇÃO

O sucesso clínico das restaurações diretas em resina composta é influenciado por inúmeros fatores, tais como: a estratégia adesiva; a técnica do operador; o tipo de resina composta utilizada, bem como a técnica de inserção da mesma na preparação cavitária; a alteração dimensional do adesivo decorrente da contração de polimerização e a extensão da restauração (isto é, dimensões e configuração da cavidade - fator C) (Delbons *et al.*, 2015).

O surgimento da adesão aos tecidos dentários, por Buonocore, em 1955, revolucionou a Medicina Dentária, em particular a Dentisteria Operatória. Face à capacidade de união adesiva efetiva entre os substratos dentários e os materiais restauradores, emerge o conceito de dentisteria operatória conservadora, minimamente invasiva e mais previsível. Desde então, tornaram-se obsoletas as preparações cavitárias propostas por Black, cuja retenção do material restaurador pressupunha a remoção de tecido sã e a realização de cavidades geométricas específicas (Buonocore, 1955; Van Meerbeek *et al.*, 1998; Cardoso *et al.*, 2011; Dalli *et al.*, 2012; Loguercio *et al.*, 2014).

Este novo conceito de preparação cavitária tem como princípio preservar a estrutura dentária hígida e resulta da evolução ao nível dos materiais adesivos e do desenvolvimento de métodos de preparação cavitária diferenciais. Por exemplo, em restaurações que apresentam descoloração marginal e/ou eventuais defeitos, opta-se pela “manutenção e reparação” em vez da substituição completa das mesmas (Van Meerbeek *et al.*, 1998, 2003, p. 216; Cardoso *et al.*, 2011).

A dentina é um tecido complexo e dinâmico e apresenta variações morfológicas. Como tal, a adesão a esta, comparativamente ao esmalte, que permanece consistente, revelou-se imprevisível, originando a sucessiva modificação dos sistemas adesivos com o intuito de resolver estas dificuldades (Coelho *et al.*, 2012; Sezinando, 2014).

Assim, a fim de simplificar a técnica adesiva, reduzindo o número de passos clínicos necessários para o procedimento adesivo, surgiram os sistemas adesivos simplificados, cujas técnicas adesivas são menos sensíveis e mais *user-friendly*. Contudo, evidenciam um comprometimento da sua performance (Cardoso *et al.*, 2011; Sezinando, 2014; Delbons *et al.*, 2015; Ting *et al.*, 2015; Saikaew *et al.*, 2016).

Além da formulação do adesivo, a natureza e a composição dos substratos dentários devem ser considerados para a obtenção de uma interface adesiva mais eficaz, estável e duradoura ao longo do tempo. Uma interface adesiva integra previne a

microinfiltração marginal bem como a sensibilidade pós-operatória, preserva a vitalidade pulpar e aumenta a longevidade das restaurações.

É, por isso, importante, analisar as características e propriedades físico-químicas dos materiais adesivos e a associação destes materiais com os tecidos amelodentinários, de maneira a utilizá-los corretamente, maximizando a sua performance adesiva àqueles tecidos, isto é, obtendo elevadas forças adesivas e, conseqüentemente, uma restauração mais duradoura. A boa compreensão desta problemática permite ao Médico Dentista escolher qual a estratégia mais indicada para a sua prática clínica (Van Landuyt *et al.*, 2007).

1. Substratos Dentários

1.1. Esmalte

O esmalte é o tecido dentário de origem ectodérmica mais mineralizado do corpo humano, o que faz dele o tecido mais duro do organismo. É acelular e incapaz de ser remodelado ou reparado. A espessura do esmalte varia consoante as regiões do dente, sendo mais espesso nas cúspides (aproximadamente 2,5 mm) e nos bordos incisais e menos espesso na base das fossetas e fissuras e no terço cervical, onde termina em bisel (Fruits *et al.*, 2013; Nanci, 2013).

O esmalte é constituído, em cerca de 96% do seu peso, por conteúdo inorgânico, cujo componente primário é a hidroxiapatite, sendo o restante material matriz orgânica e água (1 e 3%, respetivamente). No que respeita ao volume, 86% correspondem a matéria inorgânica, 12% a água e os restantes 2% são matriz orgânica (Park *et al.*, 2008; Nanci, 2013).

A hidroxiapatite ($\text{Ca}_{10}(\text{PO}_4)_6(\text{OH})_2$) é maioritariamente composta por cristais de fosfato de cálcio organizados em prismas com cerca de 5 μm de diâmetro e unidos pela matriz orgânica. Contudo, a sua fórmula é bastante variável, podendo, os iões hidroxilo, ser substituídos por iões de flúor, formando-se cristais de fluorapatite. Os iões de flúor incorporados na superfície do esmalte causam uma diminuição da solubilidade do esmalte ao ácido (pois reduz a taxa de desmineralização e promove a taxa de remineralização do esmalte) e, como tal, reduzem a suscetibilidade à cárie (Park *et al.*, 2008; Boushell & Sturdevant, 2013).

No que concerne às propriedades físicas do esmalte, além da elevada dureza supracitada, este possui um elevado módulo de elasticidade e uma alta resistência ao desgaste, o que lhe confere uma grande estabilidade ao longo da vida. Apesar disto, apresenta uma baixa resistência à tração, razão pela qual é um tecido extremamente frável e quebradiço. Por este motivo, a dentina, que é mais resiliente, confere-lhe sustentação, reduzindo a possibilidade de fratura do esmalte aquando da mastigação (Habelitz *et al.*, 2001; Fruits *et al.*, 2013). Quanto à cor, o esmalte varia entre o branco acinzentado e o branco amarelado e, por ser translúcido, a sua cor é grandemente influenciada pela tonalidade da dentina (Ferraris & Muñoz, 2009).

1.2.Dentina

A dentina é um tecido mineralizado que constitui a maior parte da estrutura dentária e aloja, no seu interior, a polpa dentária. É recoberta por cemento na sua porção radicular e por esmalte na porção coronária (Perdigão, 2010; Carvalho *et al.*, 2012; Fruits *et al.*, 2013).

O substrato dentinário é responsável pela tonalidade do dente devido à translucência do esmalte. Além disso, como já referido, a dentina serve de fundação elástica ao esmalte, pois a arquitetura tubular e a matriz orgânica dentinárias proporcionam uma maior capacidade de resistência à tensão, à compressão e à flexão em comparação com o esmalte, tornando-se indispensável para a durabilidade funcional deste último (Fruits *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013a).

Apesar deste tecido carecer de vascularização e de inervação, é considerado um substrato vital e dinâmico com capacidade de resposta perante estímulos externos, sejam eles térmicos, mecânicos ou químicos. Isto deve-se ao facto de os túbulos dentinários apresentarem, na porção mais próxima da polpa, o processo odontoblástico que comunica diretamente com a polpa (Berkovitz *et al.*, 2009; Carvalho *et al.*, 2012; Fruits *et al.*, 2013).

A dentina é constituída em cerca de 70% do seu peso por matéria inorgânica, sob a forma de cristais de hidroxiapatite, 20% por matéria orgânica e 10% por água. Já no concernente ao volume, 45 a 50% correspondem a matéria inorgânica, 30% a matéria orgânica e 25% a água (Berkovitz *et al.*, 2009; Fruits *et al.*, 2013).

A matriz orgânica dentinária, na qual os cristais de hidroxiapatite se encontram impregnados, é formada em 90% por colagénio (maioritariamente do tipo I, embora apresente pequenas quantidades do tipo III e V) e a restante percentagem composta por proteínas e lípidos. A matriz de colagénio do tipo I atua como uma estrutura que acomoda uma larga proporção da matéria inorgânica (cerca de 56%) (Berkovitz *et al.*, 2009; Nanci, 2013).

As duas unidades estruturais básicas da dentina são os túbulos dentinários e a matriz intertubular. Os túbulos dentinários, que contêm nas suas paredes dentina peritubular e no seu interior fluido dentinário e os processos dos odontoblastos, são estruturas finas e cilíndricas que se distribuem desde a polpa até à junção amelo-dentinária (JAD) por toda a espessura de dentina. O diâmetro e a densidade dos túbulos aumentam em profundidade, desde a JAD (0.8 μm e 20.000 túbulos/ mm^2) até à polpa (2.5 μm e 45.000 túbulos/ mm^2) (Fig. 1). A matriz intertubular encontra-se entre os

túbulos e tem como principal constituinte as fibras de colagénio (Pashley *et al.*, 2002; Berkovitz *et al.*, 2009; Ferraris & Muñoz, 2009).

A composição da dentina varia com a profundidade: as zonas mais superficiais da dentina, i.e., mais próximas da JAD (*outer dentin*) são formadas em 96% por dentina intertubular, correspondendo, da restante percentagem, 3% a dentina peritubular e 1% a fluido dentinário e apresentam os túbulos mas afastados entre si e com diâmetro mais reduzido; ao passo que na dentina mais próxima da polpa (*inner dentin*) há uma maior densidade e diâmetro tubulares e esta é constituída em 66% por dentina peritubular, em 12% por dentina intertubular e os restantes 22% são ocupados pelo fluido dentinário, o que lhe confere propriedades hidrofílicas (Pashley *et al.*, 2002; Ferraris & Muñoz, 2009; Nanci, 2013). A permeabilidade está dependente do tamanho e da frequência dos túbulos. Portanto, dada a variação regional da distribuição tubular, a dentina oclusal é mais permeável ao nível da polpa do que na superfície junto ao esmalte e, além disso, é menos permeável do que a dentina proximal. Como tal, uma vez que a permeabilidade é menor ao nível da dentina superficial, esta, quando comparada com a dentina profunda, apresenta uma maior resistência de união quando os túbulos dentinários estão expostos ao sistema adesivo (Pashley *et al.*, 2002; Berkovitz *et al.*, 2009; Perdigão *et al.*, 2013a; Ting *et al.*, 2015)

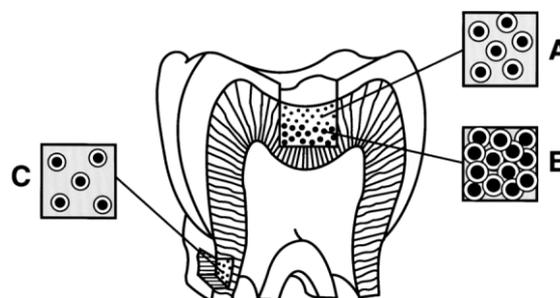


Figura 1- Imagem ilustrativa da menor percentagem de túbulos dentinários (túbulos/mm²) existente à superfície da dentina, em comparação com a dentina em profundidade. A quantidade é ainda mais reduzida ao nível da dentina radicular. A permeabilidade da dentina está dependente do tamanho e do número de túbulos existentes (Pashley *et al.*, 2002).

Durante a dentinogénese, ocorre, inicialmente, e através dos odontoblastos, a secreção unidirecional de uma matriz dentinária imatura, composta por proteínas e proteoglicanos, formando um tecido não mineralizado adjacente às células, a pré-dentina, que, depois de sofrer maturação, isto é, mineralização, se transforma em dentina (Ferraris & Muñoz, 2009).

É possível identificar diferentes tipos de dentina: (1) primária; (2) secundária; e (3) terciária, podendo, esta última, diferenciar-se em reparadora ou reacional (Junqueira & Carneiro, 2004; Ferraris & Muñoz, 2009; Nanci, 2013; Larmas & Sándor, 2014).

A dentina primária é aquela que inicia a sua deposição desde as primeiras etapas da dentinogênese até que o dente erupcione e oclua com o oponente. É essencialmente composta por dentina do manto e dentina circumpulpar (Junqueira & Carneiro, 2004; Ferraris & Muñoz, 2009). A dentina primária engloba a dentina intertubular, que ocupa os espaços entre os túbulos dentinários e é componente estrutural da matriz de colagénio e hidroxiapatite, e a dentina peritubular, que constitui a parede dos túbulos dentinários. A dentina peritubular é mais mineralizada e apresenta reduzida matriz orgânica na sua composição (Boushell & Sturdevant, 2013; Fruits *et al.*, 2013; Nanci, 2013).

Após a formação completa dos dentes, os odontoblastos tornam-se senescentes, mas, apesar da sua reduzida capacidade secretora, produzem continuamente dentina, embora a um ritmo mais lento. Esta dentina designa-se por secundária ou fisiológica e relaciona-se em toda a sua extensão com o órgão pulpar. É praticamente indistinguível da dentina primária devido à sua estrutura tubular contínua e regular. Esta dentina forma-se por dentro da dentina circumpulpar primária, perifericamente à câmara pulpar, apresentando uma espessura maior no teto, assoalho e paredes (Ferraris & Muñoz, 2009; Boushell & Sturdevant, 2013; Larmas & Sándor, 2014).

Enquanto que ambas as dentinas primária e secundária são resultantes de um processo fisiológico, a dentina terciária forma-se em resposta a estímulos patológicos de intensidade moderada a severa (Ferraris & Muñoz, 2009; Perdigão, 2010). A dentina terciária reacional origina-se em resposta a determinados estímulos de agressividade moderada, sendo exemplos: a cárie dentária; processos de desgaste fisiológicos e/ou patológicos (tais como a atrição, a erosão e a abfração); procedimentos restauradores ou variações acentuadas da temperatura (Smith *et al.*, 1995; Ferraris & Muñoz, 2009; Perdigão, 2010; Nanci, 2013; Larmas & Sándor, 2014). Já a dentina terciária reparadora surge em resultado de estímulos agressores mais severos que podem, inclusive, provocar a necrose dos odontoblastos primários. No caso de necrose odontoblástica, esta dentina terciária é produzida pelas novas células odontoblastóides resultantes da diferenciação de células mesenquimatosas indiferenciadas (Nanci, 2013). Exemplos destes estímulos severos são os que acontecem em processos cariosos de evolução rápida ou decorrentes da realização de proteções pulpares diretas, entre outros

envolvidos na preparação de cavidades profundas (Ferraris & Muñoz, 2009; Perdigão, 2010; Nanci, 2013; Larmas & Sándor, 2014).

1.2.1. Dentina esclerótica

No que diz respeito à dentina esclerótica, esta pode advir tanto de estímulos fisiológicos como patológicos, ou de ambos. Por um lado, o envelhecimento origina, na dentina, esclerose tubular progressiva resultante de estímulos cumulativos, tais como o desgaste fisiológico dos dentes. Assim, a existência de túbulos dentinários colapsados pode resultar de uma retração fisiológica dos processos odontoblásticos ou da morte dos mesmos. Por outro lado, a dentina esclerótica é particularmente evidente em lesões cervicais não cariosas (tendo como principal agente causal a abrasão, abfração e/ou erosão) ou cariosas de evolução lenta e prolongada (Perdigão, 2010).

A eficácia adesiva a este tipo de dentina, em comparação à dentina normal, é inferior, devido às seguintes condições: (1) existência de uma camada superficial hipermineralizada resistente ao ácido; (2) existência ocasional de uma camada superficial bacteriana parcialmente mineralizada; (3) presença de depósitos minerais que tapam os túbulos dentinários impedindo, desta maneira, a formação dos *resin tags* (Tay & Pashley, 2004; Florescu *et al.*, 2015).

1.2.2. Dentina desmineralizada

Relativamente à dentina desmineralizada ou cariada, Fusayama, em 1972, descreveu-a como sendo uma estrutura formada por duas camadas: uma superficial, que corresponde à dentina infetada (muito desmineralizada, com invasão bacteriana e não remineralizável); e a profunda, a dentina afetada (de moderada desmineralização e remineralizável). A primeira deve ser sempre eliminada clinicamente, ao contrário da dentina afetada (Fusayama & Terachima, 1972; Shibata *et al.*, 2016). A dentina afetada por cárie, comparativamente à dentina sã, apresenta: (1) menor módulo de elasticidade; (2) menor dureza; (3) algum grau de esclerose tubular (a esclerose resulta da deposição de cristais no interior dos túbulos dentinários, responsável por uma ligeira diminuição de permeabilidade); (4) maior porosidade (o facto da matriz dentinária estar parcialmente desmineralizada, apresentando um menor conteúdo mineral bem como de haver quebra de ligações entre as fibras de colagénio, determina o aparecimento de uma grande área porosa). O aumento da porosidade e a diminuição do conteúdo mineral fazem com que o condicionamento ácido desmineralize mais profundamente e se forme

uma camada híbrida imperfeita. Além disso, a presença de cristais resistentes ao ácido que podem obliterar os túbulos dentinários limitam a formação dos *resin tags*. Todas estas alterações estruturais evidentes na dentina afetada por cárie resultam numa diminuição das forças adesivas (Fusayama & Terachima, 1972; Wang *et al.*, 2007; Nakajima *et al.*, 2011; Sezinando, 2014; Shibata *et al.*, 2016).

A dentina, no decorrer do processo de envelhecimento fisiológico, torna-se mais espessa e menos permeável. Além disso, a dentina esclerótica e a dentina afetada por cárie também vão sofrendo alterações estruturais (hipermineralização) que se traduzem numa permeabilidade diminuta (Sezinando, 2014).

2. *Smear layer*

A *smear layer* consiste numa camada de detritos orgânicos e inorgânicos existente na superfície dos substratos dentários e origina-se aquando da instrumentação mecânica destes tecidos (quer através de instrumentos rotatórios, quer manuais) (Figs. 2, 3 e 4). Esta camada é constituída por hidroxiapatite, colagénio desnaturado e alterado e, também, por bactérias (Pashley, 1984; Mine *et al.*, 2010; Perdigão 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2011; Alex, 2015).

A espessura, a rugosidade e a densidade da *smear layer* variam, sendo determinadas pelo tipo de instrumentos utilizados, designadamente: (1) o tipo de broca, (diamante, carboneto de tungsténio, aço); (2) a dimensão do grão da broca, assim como (3) a velocidade da rotação. Certos autores defendem que estas variações nos instrumentos utilizados podem afetar as forças de adesão aos tecidos dentários (Oliveira, 2003; Yiu *et al.*, 2008; Van Meerbeek *et al.*, 2011).

Esta camada de detritos não só recobre todas as superfícies preparadas a nível dentinário, como obstrui os orifícios dos túbulos originando os *smear plugs*. A formação da *smear layer* e dos *smear plugs* diminuem a permeabilidade dentinária até cerca de 90% (Pashley *et al.*, 2002; Perdigão, 2010), embora ainda existam microporosidades ao nível da dentina intertubular que permitem a difusão do fluido dentinário (Pashley *et al.*, 2002).

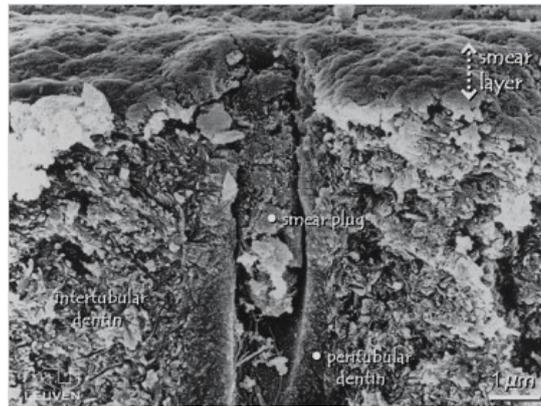


Figura 2 - Imagem obtida por microscopia eletrónica de varrimento (SEM), mostrando uma camada de *smear layer* (aproximadamente 1 μ m) que cobre toda a superfície dentinária bem como um *smear plug* projetado em alguns μ m para o interior do túbulo dentinário, ocluindo o mesmo (Van Landuyt *et al.*, 2005).

Para Pashley, a *smear layer* poderia, por um lado, servir de protetor cavitário através da obliteração dos túbulos dentinários e diminuição da permeabilidade da dentina, apesar da acumulação de microorganismos e dos seus subprodutos. Em contrapartida, poderia ser prejudicial na criação da interface adesiva dente-resina ao dificultar a difusão dos monómeros de resina em profundidade (Pashley, 1984). Assim, uma vez que a *smear layer* limita o procedimento adesivo, concluiu-se pela necessidade de a eliminar e/ou modificar para que o adesivo possa interagir diretamente com a dentina (Alex, 2015).

Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* removem a *smear layer* e os *smear plugs* através da aplicação de ácido ortofosfórico (Figs. 5 e 6), seguido de lavagem. Em contrapartida, os *self-etch* possuem *primers* ácidos que penetram, dissolvem e incorporam a *smear layer* na interface adesiva (Alex, 2015).

A remoção da *smear layer* e dos *smear plugs* aquando da preparação cavitária implica o deslocamento do fluido dentinário para fora dos túbulos e, por conseguinte, o aumento da permeabilidade dentinária. O elevado grau de humidade na superfície dentinária exposta, em resultado do aumento da permeabilidade deste tecido, interfere na adesão, pois favorece a dissolução dos *primers* e do *bond*, devido à sua hidrofobicidade (isto é, são muito sensíveis à presença de água). Contudo, a dissolução dos *primers* e do *bond* em solventes como a acetona ou o etanol resolve esta problemática, tendo em conta as propriedades de volatilização destes últimos componentes, removendo, consigo, a água residual da superfície dentinária (Oliveira *et al.*, 2003; Perdigão, 2010).

Ademais, a remoção da *smear layer* pode, também, aumentar a ocorrência de sensibilidade pós-operatória após os procedimentos restauradores e propiciar o desenvolvimento de uma inflamação pulpar transitória, por difusão bacteriana ou de outros compostos até à polpa (Unemori *et al.*, 2004; Pashley *et al.*, 2011).

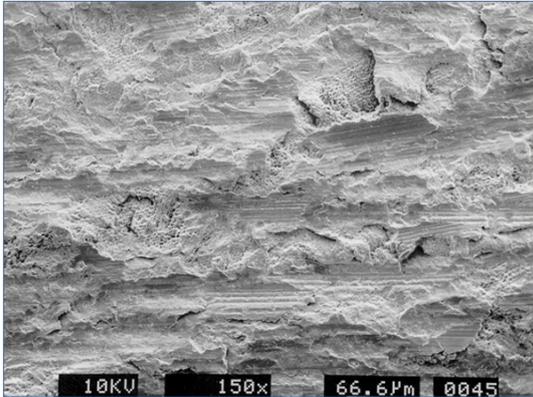


Figura 3 - Imagem obtida por SEM, revelando o aspeto típico da *smear layer* dentinária (Alex, 2015).

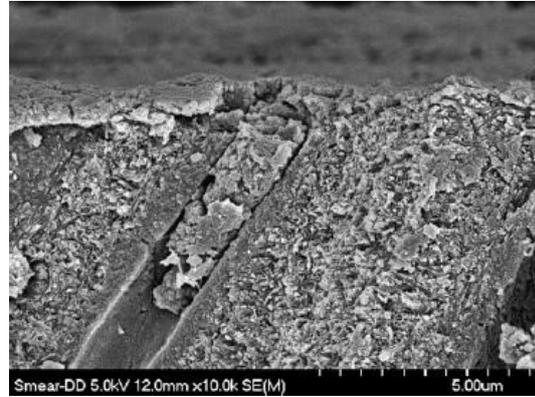


Figura 4 - Imagem obtida por SEM mostrando projeções da *smear layer* e *smear plugs* para o interior dos túbulos dentinários (Perdigão, 2007).

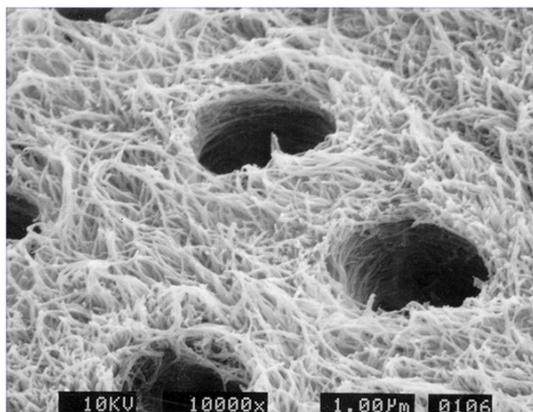


Figura 5 - Imagem obtida por SEM da dentina condicionada com ácido ortofosfórico a 37%, durante 15 segundos, lavada e seca (Alex, 2015).

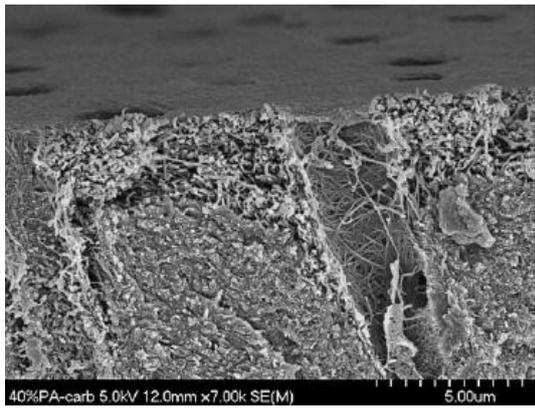


Figura 6 - Imagem obtida por SEM da dentina depois de aplicado ácido ortofosfórico a 40%, durante 15 segundos (Perdigão, 2007).

3. Adesão

A norma ISO/TS 11405:2015 define adesão como sendo um “estado em que duas superfícies são mantidas juntas por forças químicas ou físicas, ou ambas, com a ajuda de um adesivo”.

O processo de adesão pressupõe um aderente ou substrato, usualmente esmalte ou dentina, e a aplicação de um adesivo, formando-se uma interface adesiva entre o aderente e o adesivo (Perdigão *et al.*, 2013a). Os adesivos dentários, soluções de monómeros resinosos, unem, assim, o material restaurador ao substrato dentário após polimerização destes monómeros. Além dos monómeros de resina, outros compostos

químicos como solventes, iniciadores de polimerização, inibidores e *fillers* inorgânicos fazem parte da constituição dos adesivos (Perdigão, 2007; Sezinando, 2014).

A adesão entre o substrato dentário e os materiais resinosos resulta de quatro possíveis mecanismos: (1) adesão mecânica; (2) adsorção; (3) difusão; ou (4) combinação destes três mecanismos. A adesão mecânica ocorre quando há a penetração da resina e formação da camada híbrida e de *resin tags* na estrutura dentária. A adesão por adsorção acontece quando se forma uma ligação química com a componente inorgânica (hidroxiapatite) ou orgânica (essencialmente colagénio tipo I) da estrutura dentária. A adesão por difusão ocorre quando há precipitação de substâncias sobre superfície dentária às quais monómeros resinosos se ligam mecânica ou quimicamente (Perdigão *et al.*, 2013a).

A eficácia adesiva está dependente de diversos fatores sendo a energia de superfície o mais relevante. Quanto maior for a energia de superfície, mais recetivo o objeto se torna para se ligar a outro objeto como, por exemplo, um adesivo. Então, clinicamente, aumenta-se a energia de superfície do substrato dentário para melhorar a adesão através dos seguintes métodos: (1) profilaxia com pasta de pedra-pomes; (2) condicionamento com ácidos; ou (3) aplicação de solventes para remoção de contaminantes (Marshall *et al.*, 2010; Breschi *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013a).

Além da energia de superfície, a rugosidade da superfície do substrato, a presença ou ausência de contaminação, a viscosidade do adesivo, a alteração dimensional do adesivo aquando da polimerização bem como a durabilidade do adesivo e da interface entretanto criada são outras variáveis que podem interferir na adesão aos tecidos dentários. A rugosidade superficial, ao aumentar a área de superfície do substrato, intensifica o potencial adesivo. A contaminação da superfície do substrato, por outro lado, vai comprometer o contacto íntimo entre esta e o adesivo. A viscosidade do adesivo, por sua vez, deve permitir um contacto íntimo ao longo de toda a superfície, não podendo ser, por isso, nem muito viscoso, nem muito fluido. Durante a polimerização ocorre uma contração que gera forças que puxam o adesivo do substrato, prejudicando a qualidade da adesão – resultando numa fraca resistência adesiva, *gaps/fendas* marginais, cáries secundárias bem como irritação pulpar (Perdigão, 2007). Quanto à interface, ela deve ser durável e resistente, senão a adesão falha (Breschi *et al.*, 2013).

A utilização de sistemas adesivos objetiva, por um lado, promover uma adesão aos tecidos amelodentinários e, por outro, estabelecer uma união aos materiais

restauradores. Assim, o principal mecanismo de adesão dentária, transversal a todos os tipos de sistemas adesivos, envolve um processo de troca, em que os monómeros de resina adesiva substituem a matéria inorgânica previamente removida aquando do condicionamento ácido e, após polimerização, permanecem micro-mecanicamente interligados - hibridização ou conceito de adesão-descalcificação (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Pashley *et al.*, 2011; Van Meerbeek *et al.*, 2011; Muñoz *et al.*, 2013).

Os procedimentos adesivos têm uma ampla aplicação na área da Medicina Dentária, quer a título preventivo, quer a título restaurador, nomeadamente: (1) restaurações de lesões provocadas por cárie ou trauma; (2) adesão de fragmentos de dentes fraturados; (3) reparação de restaurações pré-existentes em cerâmica, metalocerâmica, amálgama ou compósito; (4) alteração da forma, dimensão e/ou cor das estruturas dentárias; (4) melhoramento da retenção de estruturas metálicas; (5) cimentação de restaurações em cerâmica; (6) técnica adesiva para a amálgama; (7) cimentação de *brackets* ortodônticos; (8) cimentação de *splints* periodontais; (9) tratamento da sensibilidade dentária; (10) aplicação de selantes; (11) reconstrução de *build-ups* para coroas; (12) cimentação de postes e núcleos metálicos fundidos; (12) reforço interno de canais fragilizados após tratamento endodôntico; (13) selamento canal durante tratamento endodôntico; (14) selamento apical de restaurações colocadas durante cirurgia endodôntica (Perdigão, 2002; Perdigão *et al.*, 2013a).

3.1. Adesão ao Esmalte

A introdução do condicionamento ácido ao esmalte foi descrito, pela primeira vez, em 1955, por Buonocore, com o intuito de fazer aderir resina acrílica ao esmalte (Buonocore, 1955; Perdigão, 2007; Ting *et al.*, 2015).

O condicionamento ácido transforma o esmalte liso numa superfície irregular, com microporosidades, e aumenta a energia de superfície, o que assegura uma diminuição do ângulo de contacto entre a resina adesiva e a superfície do esmalte condicionado (Fig. 7). Desta forma, o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico promove, por si só, uma elevada energia de superfície o que capacita a penetração da resina para o interior das micro-porosidades do esmalte, formando, após a sua polimerização, os *microtags* de resina (Fig. 8). Entre a resina e o esmalte ocorre, portanto, uma interação micromecânica. A formação destes microprolongamentos de resina na superfície do esmalte é o mecanismo basilar da adesão esmalte-resina (Perdigão *et al.*, 2013a; Rosa *et al.*, 2015).

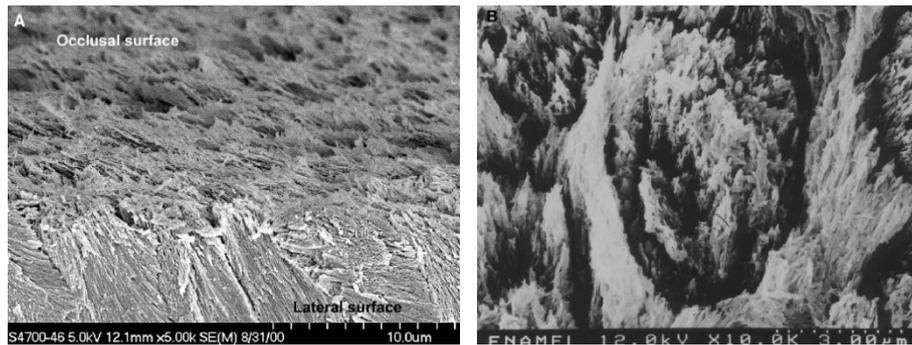


Figura 7 - (A) Imagem da superfície irregular do esmalte após aplicação de ácido ortofosfórico a 35%, durante 15 segundos. (B) Prisma de esmalte após o condicionamento do esmalte com ácido ortofosfórico a 35%. São notórias as microporosidades do esmalte (Perdigão, 2002).

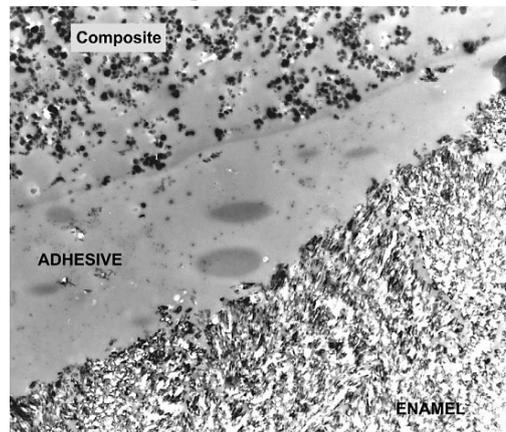


Figura 8 - Imagem obtida por SEM da interface esmalte-resina. A penetração do adesivo para o interior do esmalte origina os *microtags* de resina (Perdigão, 2002).

O condicionamento ácido no esmalte pretende: (1) limpar a superfície deste tecido através da remoção da película orgânica que recobre o esmalte não preparado; (2) remover a camada de *smear layer* do esmalte preparado; (3) dissolver, de forma limitada, os cristais de hidroxiapatite por forma a possibilitar a adesão micromecânica da resina ao esmalte (Lopes *et al.*, 2007; Coelho *et al.*, 2012). O condicionamento ácido do esmalte é influenciado por fatores como: a composição e concentração da solução ácida; a técnica de aplicação e o tempo de exposição (Breschi *et al.*, 2013).

3.2. Adesão à Dentina

Nakabayashi e colaboradores, em 1982, demonstraram que a resina podia, de igual forma, penetrar na dentina condicionada com ácido fosfórico. Foram os pioneiros de um novo conceito de adesão à dentina, o conceito de camada híbrida. A camada híbrida, também conhecida por zona de interdifusão resina-dentina, é “uma estrutura formada nos tecidos dentários duros, pela desmineralização da superfície e subsuperfície, seguida pela infiltração e polimerização dos monómeros” (Figs. 9, 10 e

11) (Nakabayashi *et al.*, 1982; Van Markebeek 1998; Pashley *et al.*, 2011; Coelho *et al.*, 2012, p.42; Rosa *et al.*, 2015). Esta camada híbrida é composta por colagénio, resina, hidroxiapatite residual e vestígios de água (Perdigão, 2007).

A formação da camada híbrida possibilita um melhor ajuste marginal, previne a sensibilidade pós-operatória e cárie secundária, bem como o amortecimento das tensões resultantes da contração de polimerização do compósito (Perdigão, 2007; Salvio *et al.*, 2013).

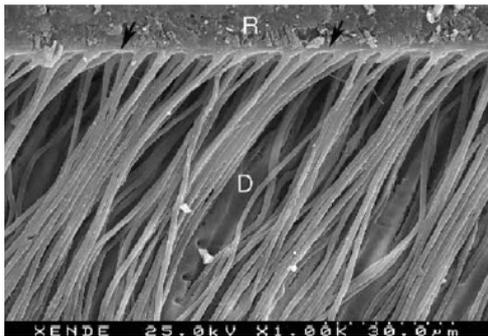


Figura 9 - Imagem obtida por SEM onde se observa a impregnação do adesivo nos túbulos dentinários e a formação da camada híbrida (setas) numa interface restauração (R)/dentina (D) (Cavalheiro & Ramos, 2009).

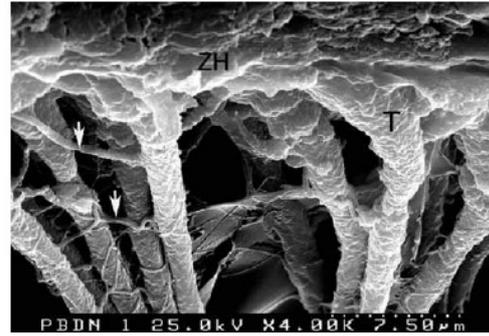


Figura 10- Imagem com maior ampliação onde se visualiza a camada híbrida (ZH), o aspeto afunilado dos prolongamentos de resina nos túbulos (T) e as anastomoses intertubulares (setas) (Cavalheiro & Ramos, 2009).

Os materiais adesivos podem interagir com a dentina de diferentes formas, sejam elas mecânica, química, ou ambas, embora se baseie, primariamente, na penetração dos monómeros do adesivo entre as fibras de colagénio expostas pelo condicionamento ácido (Perdigão *et al.*, 2013a).

Como já mencionado, o mecanismo de adesão ao esmalte é relativamente simples e estável a longo prazo. Em contrapartida, a elevada humidade bem como o elevado conteúdo orgânico presentes na dentina fazem com que a adesão a esta se torne num procedimento mais complexo *in vivo e in vitro*, em comparação com o esmalte, que apresenta um elevado conteúdo mineral (Perdigão 2007; Breschi *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013a; Alex, 2015; Ting *et al.*, 2015).

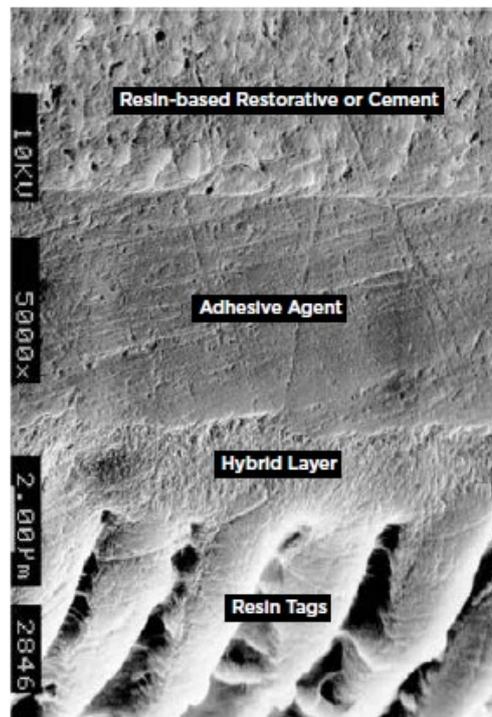


Figura 11 - Imagem da interface adesiva onde se consegue observar a camada híbrida e *resin tags* (Alex, 2015).

4. Classificação dos Sistemas Adesivos

A progressiva evolução dos sistemas adesivos amelodentinários no que respeita à sua composição, modo de atuação e de aplicação, condicionou uma tendência de mercado para serem introduzidos adesivos cada vez mais simples e rápidos. Devido à enorme multiplicidade de adesivos comercializados, houve a necessidade de os classificar de acordo com os seguintes parâmetros: (1) a geração a que pertencem; (2) o solvente do sistema adesivo; (3) a forma de tratamento da *smear layer*; (4) o número de passos clínicos que requerem (Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

A classificação dos sistemas adesivos concernente à geração a que pertencem agrupa-os de acordo com a ordem de introdução no mercado, bem como com as características que apresentam, refletindo, desta forma, a evolução dos adesivos quanto às suas propriedades, da 1ª à 7ª gerações (Breschi *et al.*, 2013). Os sistemas adesivos das 1ª, 2ª e 3ª gerações já não são utilizados e esta classificação vai sofrendo atualizações à medida que vão surgindo novos sistemas adesivos no mercado. Todavia, apesar de comercialmente apelativa, a classificação por gerações necessita de constantes atualizações, além de que pode induzir o clínico erroneamente, pois as gerações mais recentes não representam as gerações que demonstram melhor desempenho (Coelho *et al.*, 2012).

Os sistemas adesivos podem ser classificados tendo em conta o tipo (acetona, água ou álcool) e a concentração (8 a 49%) do solvente utilizado. A sua principal função consiste em diminuir a viscosidade do adesivo, aumentar a secura e a molhabilidade das superfícies pelos monómeros de resina, principalmente na dentina, pelo seu carácter hidrofílico (Breschi *et al.*, 2013).

Van Meerbeek e colaboradores propuseram, em 2003, a classificação que melhor caracteriza cientificamente os sistemas adesivos. Esta considera a ação dos adesivos sobre a *smear layer* e o número de passos envolvidos na sua aplicação. Assim, a *smear layer* pode ser removida por completo através de condicionamento ácido seguido de lavagem (adesivo do tipo condicionar e lavar ou *etch-and-rinse*) ou, após dissolvida, ser incorporada na adesão (adesivo do tipo autocondicionante ou *self-etch*) (Fig. 12) (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Relativamente ao número de passos, os sistemas adesivos *etch-and-rinse* podem atuar em três (4ª geração) ou dois passos (5ª geração). Já os sistemas adesivos *self-etch*, ao contrário dos anteriores, utilizam monómeros acídicos e, portanto, dispensam a etapa isolada de condicionar e lavar e podem aplicar-se em dois passos (6ª geração, tipo I) ou num passo único. Nos *self-etch* de dois passos – primeiro, aplica-se os monómeros em conjunto com os *primers* acídicos que irão condicionar e preparar os substratos; seca-se em seguida e, por fim, aplica-se uma resina hidrofóbica (*bond*) em separado. Os *self-etch* de apenas um passo, também designados de *all-in-one*, podem combinar monómeros acídicos, *primers* e a resina hidrofóbica em dois frascos que requerem mistura prévia à sua aplicação (6ª geração, tipo II), ou combinam todos aqueles componentes em apenas um frasco de aplicação única (7ª geração). Estes adesivos de 7ª geração são também conhecidos como *self-etch all-in-one* (Van Meerbeek *et al.*, 2003, 2011; Perdigão, 2007; Pashley *et al.*, 2011; Coelho *et al.*, 2012; McLean *et al.*, 2015).

Numa tentativa de simplificar a técnica adesiva, os fabricantes têm vindo a reduzir o número de passos clínicos necessários ao procedimento adesivo, surgindo, assim, os sistemas adesivos simplificados: *etch-and-rinse* de dois passos e *self-etch* de um passo (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Perdigão, 2007; Cardoso *et al.*, 2011; McLean *et al.*, 2015). Apesar de tornarem as técnicas adesivas menos sensíveis e mais *user-friendly*, a sua eficácia adesiva, por outro lado, ficou comprometida, principalmente em termos de durabilidade (Delbons *et al.*, 2015; Ting *et al.*, 2015).

Como tal, os sistemas adesivos *etch-and-rinse* de três passos e os *self-etch* de dois passos, de acordo com a maioria dos estudos efetuados, continuam a ter uma maior

performance adesiva (Breschi *et al.*, 2008; Loguercio *et al.*, 2014; Rosa *et al.*, 2015). Contudo, a tendência atual do mercado é o desenvolvimento de sistemas adesivos autocondicionantes simplificados (Delbons *et al.*, 2015; Rosa *et al.*, 2015; Beltrami *et al.*, 2016).

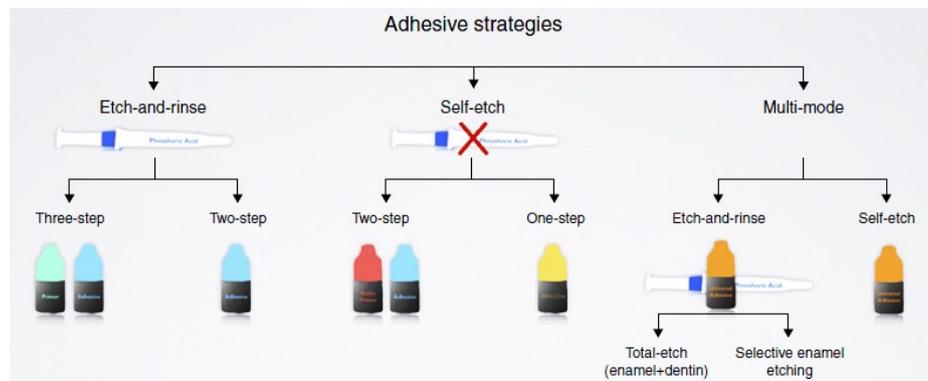


Figura 12 – Esquema ilustrativo das estratégias adesivas contemporâneas (Sezinando, 2014).

4.1. Sistemas adesivos *etch-and-rinse*

Nos sistemas *etch-and-rinse* de três passos, condiciona-se previamente o esmalte/dentina com ácido ortofosfórico a 37%, lava-se, aplica-se um *primer* hidrofílico e, por fim, aplica-se uma resina fluida hidrofóbica. No de dois passos, contrariamente ao anterior, o *primer* e a resina estão combinados num frasco único (Fig. 13) (Coelho *et al.*, 2012).

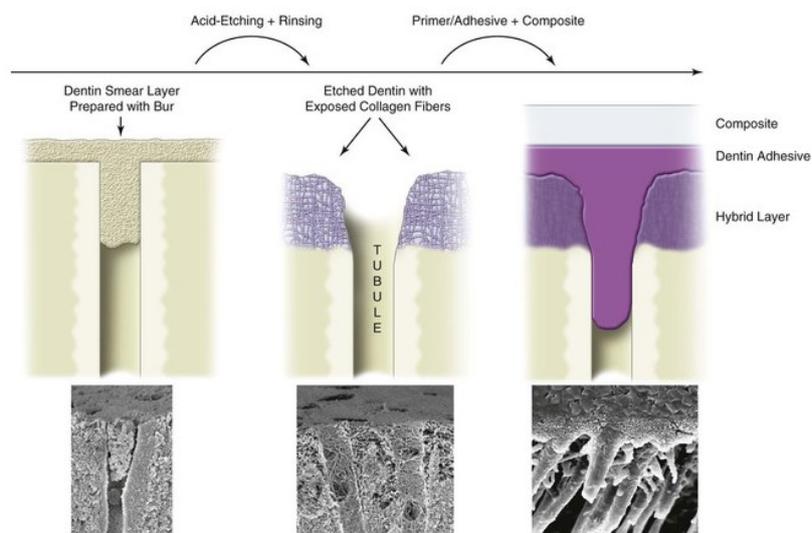


Figura 13 – Esquema da adesão à dentina de uma restauração adesiva a resina composta de acordo com a estratégia adesiva *etch-and-rinse* (Perdigão *et al.*, 2013a).

O ácido sobre a dentina remove a *smear layer* e *smear plugs* e desmineraliza a dentina intertubular numa profundidade de 3-5 μm , expondo as fibrilhas de colagénio, praticamente desprovidas de hidroxiapatite. Também desmineraliza a dentina peritubular, abrindo os túbulos dentinários numa configuração em funil, permitindo, desta forma, o estabelecimento de prolongamentos de resina no interior dos túbulos e o aumento da estabilidade da camada híbrida. Além disso, e como anteriormente referido, a eliminação da *smear layer* e *smear plugs* pelo condicionamento ácido aumenta a permeabilidade da dentinária e pode causar sensibilidade pós-operatória (Perdigão, 2007; Coelho *et al.*, 2012).

O *primer* tem como finalidades: (1) “molhar o colagénio e os respetivos espaços interfibrilares”, (2) deslocar a água residual da superfície dentinária; (3) transformar a superfície dentinária, muito hidrofílica, numa superfície mais hidrofóbica, assegurando, assim, (4) o aumento da energia de superfície da dentina (Coelho *et al.*, 2012, p.42).

O *primer* transforma, desta forma, o substrato dentinário num recetor adequado ao *bond*. Assim sendo, o *primer*, que é aplicado subsequentemente ao ácido, é uma solução que contém monómeros anfipáticos (isto é, possui propriedades hidrofílicas com afinidade com as fibras de colagénio expostas e propriedades hidrofóbicas para permitir a copolimerização do *bond*), dissolvida em solventes orgânicos. O 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), o trietilenoglicol dimetacrilato (TEGDMA), o bisfenol A glicidil metacrilato (Bis-GMA) e o uretano dimetacrilato (UDMA) são exemplos destes monómeros, embora o HEMA seja o mais frequentemente incorporado nos *primers* (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Coelho *et al.*, 2012; Breschi *et al.*, 2013).

O HEMA é um monómero funcional de baixo peso molecular com propriedades hidrofílicas que, quando incorporado no adesivo, “diminui a viscosidade e aumenta a capacidade de impregnação do adesivo, ao mesmo tempo que estabiliza as fibras de colagénio e previne o seu colapso”, contribuindo, desta forma, para um melhoramento da resistência de união do adesivo (Van Landuyt *et al.*, 2005; Coelho *et al.*, 2012, p. 43). Ao aumentar a energia de superfície da dentina e, em consequência, a sua molhabilidade, permite uma infiltração mais eficaz do *bond* no substrato dentário.

Por forma a resolver a problemática referente ao aumento da permeabilidade dentinária, os monómeros do *primer* estão normalmente dissolvidos em solventes orgânicos (álcool, acetona e, também, de forma isolada ou não, água) que, devido às suas características voláteis, afastam a água residual da superfície da dentina e mantêm a rede de colagénio hidratada (Coelho *et al.*, 2012).

O *bond* é uma solução desprovida de solvente, contém monómeros essencialmente hidrofóbicos, cuja principal função é a de preencher os espaços interfibrilares existentes entre as fibras de colagénio expostas e pode, ou não, possuir partículas de carga inorgânica (*fillers* inorgânicos) (Van Landuyt *et al.*, 2005). Estas nanopartículas alteram a viscosidade dos adesivos, na medida em que aumentam a sua espessura, o que parece aliviar as tensões resultantes da contração de polimerização das resinas compostas; reduzem a absorção de água e melhoram a resistência adesiva (Van Landuyt *et al.*, 2007). O *primer* copolimeriza com o *bond*, formando-se a camada híbrida e os *resin tags* responsáveis pela retenção micromecânica (Coelho *et al.*, 2012).

O procedimento clínico inicia-se aplicando um ácido forte, normalmente ácido ortofosfórico a 37% com um $\text{pH} \approx 0.9$, primeiro ao esmalte, durante quinze a trinta segundos e, sequencialmente, na dentina, não mais do que quinze segundos, condicionando, assim, os tecidos amelodentinários (Tanaka *et al.*, 2012). Depois, lava-se com água para remover os precipitados formados e resíduos de ácido que possam ficar aprisionados nas microporosidades criadas, e para manter a dentina desmineralizada hidratada (Perdigão, 2007; Breschi *et al.*, 2008; Pashley *et al.*, 2011). A seguir, remove-se o excesso de água com uma bola de algodão ou com um leve jato de ar de curta duração para garantir que a dentina fica húmida - técnica *water-wet-bonding* (Van Meerbeek *et al.*, 1998). Clinicamente deve apresentar um aspeto uniformemente brilhante e hidratado, mas não imersa em água. Subsequentemente, o *primer* e o *bond* aplicados preenchem as porosidades criadas pelo condicionamento ácido, formando a camada híbrida. Além disto, também penetram nos túbulos dentinários, originando os *resin tags* (Perdigão, 2007; Coelho *et al.*, 2012; Muñoz *et al.*, 2013; Chen *et al.*, 2015; Rosa *et al.*, 2015).

Neste tipo de sistemas adesivos, a etapa clínica mais sensível é a secagem. Uma boa adesão ao esmalte depende que este apresente, após condicionamento ácido, um reduzido grau de humidade. Contudo, é clinicamente impossível secar o esmalte sem que a dentina sofra, concomitantemente, alguma desidratação. A excessiva desidratação desta diminui a resistência adesiva ao promover um colapso das fibrilhas de colagénio expostas, com redução ou anulação dos espaços interfibrilares, o que impede a penetração dos monómeros do adesivo no seu interior (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Pashley *et al.*, 2011; Muñoz *et al.*, 2013; Chen *et al.*, 2015; Takamizawa *et al.*, 2015). A dentina hidratada, além de permitir uma melhor infiltração do adesivo, melhora,

consequentemente, o selamento marginal e reduz a sensibilidade pós-operatória (Pashley *et al.*, 2011; Breschi *et al.*, 2013).

A principal desvantagem dos sistemas adesivos *etch-and-rinse* refere-se à eventual presença, no interior da camada híbrida, de espaços existentes entre as fibras de colagénio expostas (resultantes da desmineralização demasiado profunda - *over-etching* - por ação do condicionamento ácido) que não foram penetrados na totalidade pelos monómeros de resina. A incompleta interpenetração fibrillar poderá originar sensibilidade pós-operatória e nanoinfiltração que consiste na presença de porosidades nanométricas (20-100nm) no interior da camada híbrida e é considerada uma manifestação da incompleta infiltração da resina nas fibras de colagénio expostas, havendo, portanto, uma discrepância entre a profundidade de desmineralização e a profundidade de infiltração da resina. Em consequência, poderá surgir degradação hidrolítica da interface adesiva, ficando comprometida a durabilidade desta última a longo prazo (Van Landuyt *et al.*, 2005; Delbons *et al.*, 2015; Beltrami *et al.*, 2016).

4.2.Sistemas adesivos *self-etch*

Estes adesivos autocondicionantes contêm *primers* ácidos e surgiram com o objetivo de simplificar a técnica adesiva, encurtando o tempo de aplicação clínico e reduzindo o número de passos operatórios o que, por sua vez, reduz a sensibilidade da técnica, deixando de ser o grau de hidratação dos substratos após o condicionamento ácido um ponto tão crucial no procedimento adesivo (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Perdigão, 2007; Coelho *et al.*, 2012; Beltrami *et al.*, 2016).

Os monómeros ácidos hidrofílicos tornam estes adesivos mais permissivos à presença de água na superfície dentária. São, por isso, os sistemas adesivos de eleição no tecido dentinário (Coelho *et al.*, 2011; Beltrami *et al.*, 2016). Contudo, a efetividade destes monómeros ácidos no esmalte, quando comparada com a do condicionamento com ácido ortofosfórico, é inferior, resultando numa fraca resistência adesiva ao esmalte (Takamizawa *et al.*, 2015). Para ultrapassar este problema, deve pré-condicionar-se o esmalte seguido de lavagem antes da aplicação do adesivo *self-etch* no esmalte e na dentina (Beltrami *et al.*, 2016).

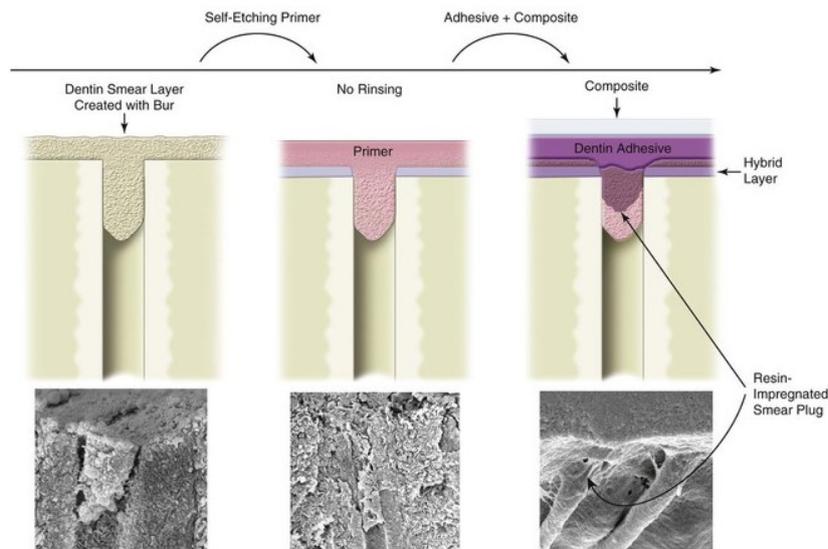


Figura 14 – Esquema da adesão à dentina de uma restauração adesiva a resina composta de acordo com a estratégia adesiva *self-etch* (Perdigão *et al.*, 2013a).

Os sistemas adesivos *self-etch* contêm elevadas concentrações de água e monómeros ácidos (geralmente ácido fosfórico ou ésteres de ácido carboxílico) mais fracos (i.e., com um pH mais elevado), comparativamente ao ácido ortofosfórico utilizado nos sistemas adesivos *etch-and-rinse* (Perdigão, 2007). A água é o solvente que assegura a ação de condicionamento proporcionado pelos *primers* ácidos, pois permite a ionização destes *primers* e gera iões hidrogénio essenciais na desmineralização dos tecidos dentários (i.e., dissolução dos iões cálcio) (Coelho *et al.*, 2012).

O condicionamento realizado por estes adesivos é limitado. À medida que os monómeros ácidos se difundem pelos tecidos dentários, perdem a sua capacidade condicionante pois vão sendo progressivamente tamponados pelo seu próprio conteúdo mineral (Van Meerbeek *et al.*, 2011; Coelho *et al.*, 2012).

De acordo com o pH que apresentam, os sistemas autocondicionantes podem ser classificados, tendo em conta a profundidade de interação com a dentina, em: (1) ultra-fracos (pH > 2,5; “nano-interação”); (2) fracos (pH \approx 2; profundidade de interação até 1 μ m); (3) moderados (pH entre 1 e 2; profundidade de interação entre 1 e 2 μ m); (4) fortes (pH \leq 1; profundidade de interação de alguns μ m) (Salvio *et al.*, 2013). Os *self-etch* fracos e ultra-fracos apresentam um condicionamento muito superficial e ligeiro do esmalte, cujas áreas desmineralizadas são menos homogéneas e pouco frequentes. Adicionalmente, as interfaces adesivas destes sistemas menos ácidos demonstraram também condicionar a formação de camadas híbridas finas e pouco uniformes com *resin*

tags escassos e mal definidos comparativamente aos sistemas mais acídicos (Salvio *et al.*, 2013). Os de pH forte são capazes de dissolver por completo a *smear layer* e condicionar uma elevada profundidade de desmineralização. Como tal, os *resin tags* formados apresentam características ultramorfológicas muito idênticas às obtidas pelo condicionamento com ácido ortofosfórico (Salvio *et al.*, 2013; Giannini *et al.*, 2015; Takamizawa *et al.*, 2015). No entanto, diversos estudos demonstraram que, apesar destas semelhanças aos sistemas *etch-and-rinse*, os sistemas *self-etch*, em particular os *self-etch* fortes de um passo, apresentam uma menor resistência adesiva e uma maior nanoinfiltração da interface adesiva (Salvio *et al.*, 2013).

Os adesivos *self-etch* de dois passos correspondem, geralmente, a sistemas adesivos de pH entre 1 e 2,5. Por isso, apresentam uma capacidade de condicionamento moderado. Por outro lado, os *self-etch* de um passo apresentam uma capacidade de desmineralização “forte”, semelhante à do ácido ortofosfórico (Coelho *et al.*, 2012).

O mecanismo de adesão destes adesivos é assegurada não só pela retenção micromecânica dos monómeros depois de polimerizados e hibridização da dentina, como pela interação química entre os monómeros funcionais (em particular o 10-MDP) e o cálcio da hidroxiapatite. Esta interação química consiste num mecanismo de adesão complementar e apresenta um papel importante na prevenção da degradação das interfaces adesivas (Coelho *et al.*, 2011).

A principal diferença dos adesivos *self-etch* em relação aos *etch-and-rinse* cinge-se ao facto de os primeiros prescindirem da etapa prévia e isolada do condicionamento ácido, seguido de lavagem. Ao invés, são constituídos por monómeros acídicos que condicionam e infiltram, simultaneamente, os tecidos dentários. Como tal, os produtos derivados da desmineralização bem como da *smear layer* dissolvida são incorporados na interface adesiva (Fig. 14) (Cardoso *et al.*, 2011; Van Meerbeek *et al.*, 2011; Coelho *et al.*, 2012; Marchesi *et al.*, 2013; Giannini *et al.*, 2015). O facto destes sistemas não removerem por completo a *smear layer* e os *smear plugs* previne a rehidratação imediata resultante do movimento do fluido dentinário e, em consequência, reduz a ocorrência de sensibilidade pós-operatória (Van Meerbeek *et al.*, 2011; Coelho *et al.*, 2012; Muñoz *et al.*, 2015).

Nos sistemas *self-etch* de dois passos, primeiro aplica-se os monómeros em conjunto com os *primers* acídicos que irão condicionar e preparar os substratos, seca-se em seguida e, por fim, aplica-se uma resina hidrofóbica em separado. Os *self-etch* de apenas um passo podem combinar monómeros acídicos, *primers* e a resina hidrofóbica

em dois frascos, que requerem mistura prévia à sua aplicação ou combinam todos aqueles componentes em apenas um frasco de aplicação única (*all-in-one*) (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Perdigão, 2007; Van Meerbeek *et al.*, 2011; Pashley *et al.*, 2011).

À semelhança do que acontece com os sistemas adesivos *etch-and-rinse* de três passos, também os sistemas adesivos *self-etch* de dois passos aplicam o *bond* num passo independente. Esta característica está associada a valores de adesão mais elevados e interfaces adesivas hidroliticamente mais estáveis comparativamente aos sistemas simplificados. Ainda assim, os *etch-and-rinse* de três passos apresentam uma maior eficácia adesiva do que os *self-etch* de dois passos, devido maioritariamente ao seu diferencial grau de acidez e hidrofiliidade (Ting *et al.*, 2015).

Os sistemas *self-etch* de um passo surgiram com o objetivo de simplificar a técnica adesiva, misturando, assim, num frasco único todos os componentes respeitantes às funções acídica, de *priming* e de *bonding* (Cardoso *et al.*, 2011; Baracco *et al.*, 2013). Esta mistura de componentes fez com que estes adesivos apresentassem uma maior acidez e maior quantidade de monómeros hidrofílicos. Estes últimos comportam-se como uma membrana semipermeável, o que permite a circulação de água através da interface adesiva. Este fenómeno potencia a degradação hidrolítica da interface, comprometendo, desta forma, a longevidade da adesão (Cardoso *et al.*, 2011; Baracco *et al.*, 2013; Sezinando, 2014).

Muitos destes adesivos *self-etch* de um passo têm como constituinte o HEMA, que além de facilitar a impregnação do *bond* em profundidade, proporciona uma maior estabilidade destes adesivos que contêm uma mistura de componentes hidrofílicos e hidrofóbicos, como já referido, mantendo-os em solução. Por seu lado, os adesivos sem HEMA incorporado mostraram uma separação de fases após a evaporação do solvente (geralmente álcool ou acetona), isto é, ocorreu uma separação da água relativamente aos outros constituintes do adesivo. Este fenómeno foi observado através de microscopia ótica, colocando uma gota deste tipo de adesivos numa placa de vidro. À medida que o solvente começou a evaporar, emergiram à superfície gotículas de água (separação de fases) que podem ficar retidas se se proceder de imediato à polimerização do adesivo, o que pode comprometer as forças de adesão e aumentar a suscetibilidade à degradação da interface adesiva (Van Landuyt *et al.*, 2005, 2007). Todavia, estudos demonstraram que elevadas concentrações deste monómero são prejudiciais e comprometedoras da durabilidade das interfaces adesivas, na medida em que aumentam ainda mais o seu

caráter hidrofílico, ao potenciar um aumento de absorção de água, a partir da dentina subjacente, que induz a presença de gotículas de água à superfície do adesivo, facilitada pelo caráter permeável da camada adesiva (Cardoso et al, 2011; Van Landuyt *et al.*, 2007).

Investigações científicas revelam que a simplificação da técnica adesiva está relacionada com uma diminuição da resistência adesiva à dentina ao longo do tempo. Os sistemas adesivos *self-etch* de um passo apresentam, por isso, uma eficácia adesiva inferior à dos *self-etch* de dois passos (Cardoso *et al.*, 2011; Baracco *et al.*, 2013; Delbons *et al.*, 2015; Ting *et al.*, 2015).

4.3.Sistemas Adesivos Universais ou Multi-modo

Os sistemas adesivos universais ou multi-modo contêm todos os seus componentes num único frasco e combinam, na mesma solução, o *primer* ácido com o *bond* (Isolan *et al.*, 2014; Beltrami *et al.*, 2016). Foram idealizados a partir do conceito de sistemas adesivos *self-etch "all-in-one"* de um único passo. Além disso, são bastante versáteis na medida em que permitem que o operador decida sobre qual o protocolo adesivo mais indicado, tendo em conta a especificidade de cada situação clínica. Por essa razão, não devem ser confundidos com os sistemas adesivos *self-etch all-in-one* (7ª geração) (Alex, 2015; Giannini *et al.*, 2015).

Estes novos adesivos de aplicação única foram recentemente introduzidos no mercado com o intuito de tornar o procedimento clínico mais simplificado, mais rápido e mais *user-friendly*, permitindo, então, ao profissional escolher a estratégia de aplicação mais indicada para cada situação clínica (Perdigão *et al.*, 2014; Sezinando *et al.*, 2015; Chen *et al.*, 2015; Beltrami *et al.*, 2016).

Estes adesivos, tal como os adesivos autocondicionantes, são constituídos por água (cujo objetivo consiste na ionização dos monómeros ácidos hidrofílicos) e por monómeros ácidos funcionais (principalmente o 10-MDP) que interagem quimicamente com os cristais de hidroxiapatite. Esta interação possibilita uma maior durabilidade da interface adesiva, prevenindo a degradação por microinfiltração e nanoinfiltração (Luque-Martinez *et al.*, 2014; Sezinando, 2014; Alex, 2015). O 10-MDP trata-se de um monómero funcional anfipático, composto por um grupo terminal metacrilato hidrofóbico (que possibilita o estabelecimento de uma ligação química com cimentos e materiais restauradores à base de metacrilato) e por um grupo terminal

fosfato hidrofílico (responsável por ligar-se quimicamente aos tecidos amelodentinários, zircônia e metais) (Sezinando, 2014; Alex, 2015).

A particularidade destes sistemas diz respeito ao facto de poderem ser aplicados segundo diferentes estratégias adesivas (utilização multi-modo), nomeadamente: como sistemas do tipo *etch-and-rinse* (de dois passos); como sistemas *self-etch* (de um passo) ou na forma de *selective enamel etch* (Mena-Serrano *et al.*, 2013; Muñoz *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2014; Saikaew *et al.*, 2016).

São utilizados em restaurações diretas e indiretas e são compatíveis com resinas auto e fotopolimerizáveis bem como com cimentos à base de resinas de dupla polimerização. Os adesivos universais podem ser usados na união à dentina e ao esmalte mas igualmente como *primer* adesivo em diferentes substratos e materiais como zircónia, metais nobres não preciosos, compósitos e várias cerâmicas à base de sílica (utilização universal) (Breschi *et al.*, 2013; Alex, 2015).

Os adesivos universais apresentam propriedades hidrofílicas, capazes de humedecer a dentina, e hidrofóbicas que, após polimerizados, são capazes de retardar o processo de absorção de água e, consequentemente, degradação da interface adesiva por hidrólise (Alex, 2015).

A técnica do condicionamento seletivo ao esmalte acarreta vantagens uma vez que combina a utilização de um sistema adesivo simplificado (*self-etch* de um passo) tanto na dentina como no esmalte, após condicionamento seletivo ao esmalte com ácido ortofosfórico (técnica *etch-and-rinse* ao esmalte) (Sezinando *et al.*, 2015). O condicionamento seletivo ao esmalte, quando comparado com a aplicação na forma de *self-etch*, revela uma melhoria ao nível da integridade marginal do esmalte, após 8 anos. A única desvantagem desta técnica seletiva ao esmalte é o condicionamento involuntário da dentina, situação esta que poderá causar uma diminuição das forças adesivas (Perdigão & Tay, 2014).

A utilização dos sistemas adesivos universais na forma de *self-etch* de um passo acarreta a formação de uma camada híbrida fina, estando, por isso, muito suscetível à inibição de polimerização por ação do oxigénio (Sezinando, 2014).

A evidência científica no que respeita à longevidade dos adesivos universais ainda é diminuta. Além do mais, apesar da elevada diversidade deste tipo de adesivos lançados no mercado, existem poucos estudos *in vitro* e *in vivo* que suportem a performance adesiva destes (Muñoz *et al.*, 2015; Beltrami *et al.*, 2016).

Os adesivos *etch-and-rinse* são os mais indicados na adesão ao esmalte, uma vez que a união micromecânica proporcionada por estes adesivos ao esmalte parece ser suficiente para a obtenção de uma interface duradoura. Já os *self-etch* fracos são os adesivos de eleição na dentina, devido à interação química adicional que estabelecem com a hidroxiapatite (caso possuam monómeros com esta acção, como por exemplo o 10-MDP). Contudo, quando se trata de aderir a ambos os substratos, a técnica do condicionamento seletivo ao esmalte seguida da aplicação de um adesivo *self-etch*, tanto ao esmalte (condicionado) como à dentina (não condicionada), é considerada a melhor opção no que respeita à eficácia e à durabilidade adesivas ao substrato dentário, uma vez que a profundidade de desmineralização do esmalte através da aplicação de sistemas adesivos *self-etch* é, geralmente, inferior à conseguida através do condicionamento prévio com ácido ortofosfórico (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Cardoso *et al.*, 2011; Rosa *et al.*, 2015; Perdigo *et al.*, 2014; Takamizawa *et al.*, 2015).

5. Degradação da Interface Adesiva

A variação regional da distribuição tubular, a elevada componente orgânica e o elevado grau de hidratação da dentina fazem desta um substrato difícil de aderir. Como tal, a durabilidade da adesão a este tecido é uma das grandes inquietações atuais na área da dentisteria adesiva, por ser o substrato mais suscetível de degradação (Breschi *et al.*, 2008; Pashley *et al.*, 2011; Hass *et al.*, 2016). Estudos recentes demonstram que a adesão imediata à dentina nem sempre se correlaciona com estabilidade a longo prazo, já que a degradação na interface adesiva ocorre depressa (após 6 meses, aproximadamente) (Breschi *et al.*, 2008) podendo despoletar hipersensibilidade, cárie secundária e, em extremo, perda da restauração (Strobel & Hellwig, 2015).

A instabilidade da interface adesiva está maioritariamente associada à natureza porosa da camada híbrida que forma uma estrutura permeável, permitindo a circulação de água ao longo da interface adesiva, mesmo após a sua polimerização. Além disso, os constituintes da camada híbrida (matriz orgânica dentinária, cristais de hidroxiapatite residuais, monómeros de resina e solventes) podem sofrer a ação do envelhecimento ou sinergicamente sofrer degradação (Breschi *et al.*, 2008; Pashley *et al.*, 2011; Carvalho *et al.*, 2012).

Vários são os fatores responsáveis pela degradação da interface dentina-resina ao longo do tempo, quer nos sistemas *etch-and-rinse*, quer nos *self-etch*, tais como: (1) a hidrofiliidade de alguns monómeros constituintes dos adesivos; (2) a presença de água como constituinte dos sistemas autocondicionantes, essencial para a ionização dos monómeros acídicos hidrofílicos; (3) a técnica *water-wet-bonding* aplicada nos sistemas *etch-and-rinse*; (4) o fluido dentinário presente nos túbulos, responsável pela permeabilidade destes (Breschi *et al.*, 2008).

Os mecanismos de degradação bioquímica das interfaces adesivas dentinárias, ao longo do tempo, podem envolver: (1) a deterioração da camada híbrida, resultante da degradação hidrolítica dos constituintes poliméricos dos adesivos (i.e., resultante da absorção de água promovida pelas características hidrofílicas dos sistemas adesivos, diminuindo, por isso, as suas propriedades físicas); (2) a degradação proteolítica das fibrilhas de colagénio presentes na união dentina-resina por ação das metaloproteínases da matriz de dentina (MMPs), o que, por conseguinte, leva à diminuição da resistência adesiva (Perdigão *et al.*, 2013b; Tjäderhane, *et al.*, 2013; Strobel & Hellwig, 2015). As MMPs são capazes de degradar os componentes da matriz extracelular. Todas as MMPs

contêm íons zinco responsáveis pela ação de hidrólise catalítica e requerem íons cálcio para a sua estabilidade (Breschi *et al.*, 2008).

Com o intuito de ultrapassar esta problemática, têm sido analisados alguns produtos, aplicados aquando do procedimento adesivo, com a finalidade de inativar ou inibir a ação proteolítica das MMPs e, conseqüentemente, possibilitar uma maior longevidade das interfaces adesivas, nomeadamente: (1) a clorexidina; (2) a epigalocatequina-3-galato; (3) a galardina; (4) as tetraciclinas e análogos; (5) os sais de amónio quaternário; (6) o ácido etilenodiamino tetra-acético (EDTA). Além disso, foram, também, desenvolvidos métodos que visam aumentar a durabilidade da interface adesiva, como: (1) os agentes de ligação cruzada (*cross-linking agents*); (2) a remineralização biomimética; (3) a técnica *ethanol wet-bonding* (Perdigão *et al.*, 2013b).

A aplicação de uma solução aquosa pura de clorexidina a 0,2% durante 30 segundos na dentina após o condicionamento com ácido fosfórico, e previamente à utilização do *bond*, funciona como um *primer* terapêutico nos sistemas adesivos *etch-and-rinse* e tem sido o mais estudado (Breschi *et al.*, 2008; Strobel & Hellwig, 2015).

Nos sistemas adesivos *etch-and-rinse*, a clorexidina pode ser aplicada directamente sobre a dentina condicionada ou incorporada num agente condicionador, antes da aplicação do adesivo. Já nos adesivos *self-etch*, aquela é incorporada nos *primers* (Liu *et al.*, 2011).

A clorexidina, além da função antimicrobiana, parece estar associada à desaceleração da degradação da camada híbrida, preservando a integridade do colagénio (as fibras de colagénio são suscetíveis à degradação pelas MMPs quando não estão envolvidas na totalidade por resina), ao inibir quer as MMPS, quer as catepsinas cisteínas. Dada a sua carga positiva, as moléculas de clorexidina competem com sítios das MMPs que deveriam ser ativados por íons como o cálcio e o zinco, inativando, dessa forma, a ação proteolítica daquelas. A aplicação da clorexidina como inibidor das MMPs não previne a penetração de água na interface adesiva dentina-resina (Perdigão *et al.*, 2013b). A aplicação de soluções de clorexidina sobre a dentina condicionada não influencia negativamente as forças de adesão imediatas de sistemas adesivos a este substrato (Sezinando, 2014).

O EDTA aplicado sobre a dentina condicionada, entre 1 a 5 minutos, também parece inibir a atividade das MMPs através da quelação dos íons cálcio e zinco. À semelhança da clorexidina, não influencia as forças de adesão e preserva as interfaces

adesivas. Contudo, serão necessários mais estudos que testem esta hipótese (Kim *et al.*, 2011; Perdigão *et al.*, 2013b).

Os agentes de ligação cruzada, como o glutaraldeído ou a carbodiimida, são agentes químicos responsáveis pelo entrecruzamento das cadeias peptídicas do colagénio antes do procedimento adesivo, tornando-as mais resistentes à degradação. Além de aumentarem a resistência à degradação, alguns agentes também apresentam propriedades inibidoras das MMPs. Contudo, a utilização destes agentes apresenta pouca aplicabilidade clínica devido ao tempo que demoram para alcançar os objetivos terapêuticos (Liu *et al.* 2011; Perdigão *et al.*, 2013b; Hass *et al.*, 2016). Também a utilização da riboflavina ativada por luz ultravioleta demonstrou melhorar a estabilidade mecânica do colagénio, bem como inibir as MMPs (Perdigão *et al.*, 2013b).

A remineralização biomimética, após a formação das interfaces adesivas, tenciona aumentar a longevidade da interface dentina-resina ao remineralizar as zonas hidratadas que permanecem e circundam as fibras de colagénio presentes dentro da camada híbrida e, assim, imobilizar as MMPs, através de uma solução remineralizante. Idealmente, a água que ocupa estas zonas intra e interfibrilares presentes na camada híbrida deveria ser substituída por cristais de hidroxiapatite (Perdigão *et al.*, 2013b).

Nos últimos tempos tem vindo a ser investigada uma nova técnica adesiva que permite melhorar a durabilidade dos sistemas adesivos *etch-and-rinse*, a *ethanol wet-bonding* (técnica de adesão com etanol). A técnica consiste na aplicação de um *primer* hidrofóbico solvatado com etanol (em vez de água), sobre a dentina condicionada e saturada em etanol; seguidamente, realiza-se a evaporação do solvente residual e é colocada uma resina adesiva hidrofóbica que, por fim, é polimerizada. Esta técnica de adesão com etanol apresenta um maior desempenho *in vitro* comparativamente à técnica de adesão à dentina húmida (*water-wet-bonding technique*) (Liu *et al.*, 2011). Ela melhora a interação molecular entre os monómeros de resina e as fibras de colagénio, implicando que se forme um invólucro resinoso mais eficaz na proteção do colagénio contra as MMPs; possibilita a aplicação de monómeros hidrofóbicos diretamente sobre a dentina desmineralizada e previne o colapso da rede de colagénio, ao substituir por completo a água por etanol, otimizando, assim, a infiltração de monómeros hidrofóbicos por entre as fibras colagénicas e, portanto, a formação de interfaces adesivas mais consistentes e menos permeáveis ao longo do tempo. Esta técnica favorece, desta maneira, o aumento das forças de adesão e a prevenção da degradação precoce,

hidrolítica e enzimática, das interfaces (Liu *et al.*, 2011; Pashley *et al.*, 2011; Perdigão *et al.*, 2013b; Sezinando, 2014).

6. Testes de avaliação da resistência adesiva

6.1. Norma ISO/TS 11405:2015

A norma ISO/TS 11405:2015 contém as orientações para a realização dos testes de adesão entre os materiais de restauração e a estrutura dentária, sendo eles: (1) testes de resistência de união (tração e cisalhamento); (2) testes de medição de fendas marginais; (3) testes de micro e nanoinfiltração. Esta norma fornece informações referentes à seleção do substrato, ao armazenamento, ao manuseio de amostras dentárias, bem como às características dos diversos testes de resistência adesiva, de modo a garantir um padrão standardizado de qualidade e fiabilidade (Sirisha *et al.*, 2014a).

6.2. Microtração

A longevidade de uma restauração está, em certa medida, dependente da sua capacidade adesiva, isto é, da força de adesão que o sistema adesivo utilizado apresenta face ao substrato dentário, pesando este fator na escolha do adesivo a utilizar (Sirisha *et al.*, 2014a).

A mensuração das forças de adesão (ou resistência adesiva) aos tecidos dentários, tal como a análise das respectivas interfaces adesivas são os métodos laboratoriais mais empregues na avaliação da performance clínica dos sistemas adesivos amelodentinários.

Segundo a norma ISO/TS 11405:2015, a resistência adesiva corresponde à força necessária (MPa), por unidade de área, para quebrar a união adesiva, através da formação de uma falha ao nível da interface adesiva e é influenciada por fatores como: (1) o tamanho da área de adesão; (2) o substrato; (3) o agente condicionador; (4) o *primer* e, também, (5) os procedimentos restauradores (Cardoso *et al.*, 2011). A resistência adesiva é calculada através da divisão da força de tensão aplicada no momento de fratura (N) pelo valor da área transversal da interface adesiva (mm²) (Armstrong *et al.*, 2010; Sirisha *et al.*, 2014a).

Idealmente, o teste de resistência adesiva deve ser preciso, clinicamente fiável, fácil de executar e consideravelmente rápido (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Sirisha *et al.*, 2014a).

A eficácia adesiva da restauração ao esmalte e à dentina pode ser avaliada através de macro ou micro-testes de resistência adesiva, dependendo da área de união a ser analisada. Os macro-testes de resistência adesiva são utilizados em áreas adesivas superiores a 3mm^2 e englobam o cisalhamento (SBS), a tração (TBS) e protocolos *push-out*. Os micro-testes de resistência adesiva compreendem a microtração (μTBS); o microcisalhamento (μSBS) e testes de micro-push-out (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Bonifácio *et al.*, 2012; Sirisha *et al.*, 2014b).

Os macro-testes de resistência adesiva resultaram em falhas coesivas e em valores de resistência adesiva superestimados. Como tal, aqueles foram substituídos pelos micro-testes, uma vez que amostras com menores dimensões apresentam uma menor probabilidade de defeitos, traduzindo-se em valores de resistência adesiva superiores, tendo em conta que a distribuição da tensão é feita de forma mais uniforme (Bonifácio *et al.*, 2012; Sirisha *et al.*, 2014b).

Diversas vantagens estão associadas aos testes de microtração, nomeadamente: (1) a possibilidade de se estudar diferentes regiões do mesmo dente; (2) a obtenção de um grande número de micro-amostras sob a forma de “palitos”, a partir de um só dente; (3) melhor distribuição de *stress/tensão* durante a aplicação da força, devido à reduzida dimensão das amostras (palitos com cerca de 1mm^2 de área de interface adesiva), daí haver, nestes testes, uma diminuição do número de falhas coesivas; (4) a redução da área de superfície que facilita a análise (por SEM) do tipo de fratura ocorrido e permite avaliar de forma mais consistente a interface adesiva (Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

No entanto, as desvantagens deste teste prendem-se pela sua elevada complexidade e tempo de trabalho exigidos na obtenção de amostras geometricamente consistentes (sendo a etapa do seccionamento dos dentes em “palitos” a mais sensível); pela potencial desidratação e fratura das amostras e, ainda, pela dificuldade de medição de valores de resistência adesiva baixos ($<5\text{MPa}$) (Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

7. Envelhecimento de amostras

Com o passar do tempo, ocorre a degradação das fibras de colagénio e dos componentes hidrofílicos das resinas, levando a uma destruição da camada híbrida e diminuição das forças adesivas (Tjäderhane *et al.*, 2013). A performance clínica das restaurações adesivas é, em grande parte, influenciada pela sua resistência à degradação, por isso, uma das demandas atuais da dentisteria adesiva é tornar a interface dente-resina mais resistente ao envelhecimento, possibilitando, desta forma, uma maior previsibilidade do tratamento restaurador em termos de desempenho clínico (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Por forma a mimetizar as condições clínicas presentes na cavidade oral às quais estão expostas as restaurações, foram desenvolvidos inúmeros métodos de envelhecimento artificial, tais como: (1) o armazenamento em água destilada ou saliva artificial durante períodos variados que podem durar de três meses a quatro anos; (2) o armazenamento em hipoclorito de sódio; (3) a termociclagem; (4) os ataques enzimáticos; (5) os testes mecânicos; (6) soluções simuladoras de alimentos; (7) as alterações do pH. Contudo, os métodos de envelhecimento artificial mais utilizados são o armazenamento em água destilada e a termociclagem (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Sirisha *et al.*, 2014b). Além de simular o meio ambiente oral, estes métodos objetivam a obtenção de informações relacionadas com os mecanismos envolvidos na degradação da interface dentina-resina e, assim, prever a durabilidade das restaurações ao longo do tempo (Colucci *et al.*, 2007; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Dado que a presença de água é crucial na deterioração dos materiais de restauração à base de resina, o armazenamento em água destilada é o método de envelhecimento artificial mais utilizado para prever o comportamento daqueles materiais. O efeito da água é mais acentuado quando são utilizados os sistemas adesivos *etch-and-rinse* (Colucci *et al.*, 2007).

O armazenamento às 24h é utilizado como grupo de controlo na maioria dos testes laboratoriais que avaliam a resistência de união resina-dentina. Porém, não avaliam a degradação da interface adesiva a longo termo (Colucci *et al.*, 2007; Dantas *et al.*, 2008).

No que respeita aos sistemas *etch-and-rinse*, foram identificados dois tipos de degradação da interface dentina-resina após armazenamento em água: (1) a degradação hidrolítica da porção orgânica da camada híbrida por desintegração e desaparecimento das fibras de colagénio; (2) a degradação da resina existente na camada híbrida,

formando microespaços na interface de união que permitem a circulação de saliva, bactérias ou enzimas ao longo do tempo. Estas alterações morfológicas ao nível da resina e das fibras de colagénio parecem ser responsáveis pela degradação que culmina numa diminuição das forças de união (Colucci *et al.*, 2007).

Já nos sistemas *self-etch*, observou-se uma incompleta infiltração da resina e a presença de redes de água na interface adesiva (nanoinfiltração), nas amostras armazenadas em água durante 1 ano. Apesar disso, observou-se uma resistência de união estável após 1 ano de armazenamento (Colucci *et al.*, 2007).

Os estudos que analisam a durabilidade da interface adesiva exigem um controlo rigoroso de fatores como: (1) a inibição do crescimento bacteriano através da cloramina T a 0,5%, para manter a estabilidade do pH ao longo do tempo; (2) o período de imersão nas soluções (podendo ir de alguns meses a anos); (3) a frequência de substituição da solução (mudar a solução frequentemente pode acelerar a degradação hidrolítica da interface adesiva). Além disso, o tipo de teste utilizado também influencia a durabilidade da interface resina-dentina, ou seja, a obtenção de micro-amostras sob a forma de palitos, antes do armazenamento em água (técnica direta de envelhecimento), pode ser uma opção para acelerar o processo, uma vez que a redução da secção transversal das amostras reduz, inevitavelmente, o tempo necessário à difusão de água por entre as regiões da interface expostas.

II. OBJETIVO

Avaliar a resistência adesiva à dentina, por microtração, de sistemas adesivos *self-etch* e universais recentemente introduzidos no mercado.

1. Hipóteses de Estudo

Hipótese Nula:

Não existem diferenças significativas na resistência adesiva à dentina, por microtração, nos sistemas adesivos *self-etch* e universais estudados.

Hipótese Alternativa:

Existem diferenças significativas na resistência adesiva à dentina por microtração, nos sistemas adesivos *self-etch* e universais estudados.

III. MATERIAIS E MÉTODOS

A presente investigação foi aprovada pela Comissão de Ética do Instituto Superior de Ciências da Saúde Egas Moniz (ISCSEM) (anexo 3). Foram utilizados trinta molares humanos hígidos, sem cáries nem restaurações, extraídos por motivos periodontais ou ortodônticos e facultados pelo Banco de Dentes do ISCSEM (anexos 4 e 5). Apenas foram usados dentes com data de extração anterior a 6 meses, uma vez que, após este período, as proteínas da dentina podem sofrer alterações degenerativas (ISO/TS 11405:2015). Ulteriormente à exodontia, os dentes foram limpos, através de curetas gracey e escova profilática com pasta de pedra-pomes, e desinfetados numa solução de Cloramina-T tri-hidratada a 1%, num período máximo de uma semana (ISO/TS 11405:2015).

Posteriormente, as amostras foram armazenadas em água destilada a uma temperatura de 4°C, até ao momento da sua utilização. O meio de armazenamento foi substituído a cada duas semanas, para minimizar a deterioração dos dentes até ao início do procedimento laboratorial (ISO/TS 11405:2015).

Neste estudo foram utilizados os seguintes sistemas adesivos: *etch-and rinse* de 3 passos – Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA) (FL) (grupo controlo); *self-etch* de 2 passos – Clearfil SE Protect (Kuraray, Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan) (SEP) (grupo controlo); *self-etch* de 1 passo - Clearfil S3 Bond Plus (Kuraray, Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan) (S3B); universal – Futurabond M + (Voco, Germany) - nas suas duas formas de aplicação *self-etch* (FMSE) e *etch-and-rinse* (FMER). Na tabela 1 está indicada a composição dos sistemas adesivos utilizados.

Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em cinco grupos de seis dentes cada um (n=6), consoante o sistema adesivo utilizado e a sua forma de aplicação. Cada um dos grupos foi subdividido em dois subgrupos constituídos, cada um, por três dentes (n=3), consoante o período de envelhecimento ao qual foram expostos (tabela 2).

Seguidamente, as amostras foram coladas, com cera colante (Sticky Wax, Kemdent®, Wiltshire, Inglaterra) a bases acrílicas (Figs. 15 e 16) e, depois, seccionadas no micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers, Ballerup, Dinamarca) (Fig. 17).

Tabela 1 – Composição dos materiais dentários utilizados.

Material/Fabricante	Classificação	Composição Química	Lote	pH
Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)	Sistema adesivo E&R 3P	Primer: HEMA, GPDM, MMEP, água, etanol, fotoiniciador (CQ), BHT; Bond: Bis-GMA, HEMA, GPDM, UDMA, fotoiniciador (CQ), ODMAB, partículas (SiO ₂ , vidro de bário aluminoborosilicato, fator de acoplamento A174	Primer: 5728214 Bond: 5728215	1,8
Clearfil SE Protect (Kuraray, Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan)	Sistema Adesivo SE 2P	Primer: 10-MDP, 12-MDPB, HEMA, Dimetacrilato hidrofílico, água Bond: 10-MDP, Bis-GMA, Dimetacrilato hidrofóbico, canforoquinona	000007	2
Clearfil S3 Bond Plus (Kuraray, Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan)	Sistema adesivo SE 1P	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofílico alifático, dimetacrilato hidrofóbico alifático, canforoquinona, aceleradores, iniciadores, etanol, água	000005	2,3
Futurabond M+ (Voco, Germany)	Sistema adesivo U	HEMA, Bis-GMA, UDMA, etanol, monómero ácido adesivo, iniciador, catalisador, ácidos silícicos pirogénicos	1605093	2,3
Scotchbond Etchant (3M, ESPE, Seefeld, Alemanha)	Ácido	Ácido ortofosfórico a 35%, água, sílica amorfa sintética, polietilenoglicol, óxido de alumínio	N250030	1
Filtek Z250 (3M, ESPE, Seefeld, Alemanha)	Resina composta	Bis-EMA, UDMA, TEGDMA, partículas de preenchimento (zircónio/sílica), óxido de alumínio, benzotriazol, EDMAB	N536287 N564420	Não aplicável

Tabela 2 – Divisão dos grupos de acordo com o tipo de sistema adesivo utilizado e tempo de armazenagem.

GRUPO FL		GRUPO SEP		GRUPO S3B		GRUPO FMSE		GRUPO FMER	
Optibond™ FL Controlo		Clearfil SE Protect Controlo		Clearfil S3 Bond Plus		Futurabond M+ Self-etch		Futurabond M+ Etch-and-rinse	
FL1	FL2	SEP1	SEP2	S3B1	S3B2	FMSE1	FMSE2	FMER1	FMER2
24h em estufa (n=3)	3 meses em estufa (n=3)	24h em estufa (n=3)	3 meses em estufa (n=3)	24h em estufa (n=3)	3 meses em estufa (n=3)	24h em estufa (n=3)	3 meses em estufa (n=3)	24h em estufa (n=3)	3 meses em estufa (n=3)

Foram efetuados 2 cortes perpendiculares ao longo eixo do dente: um abaixo da junção amelo-cimentária (JAC), objetivando separar a porção radicular da porção coronária, e outro ao nível do esmalte, com o intuito de eliminar a camada superficial do esmalte e expor a dentina superficial. Depois de eliminada a polpa da câmara pulpar com uma colher de dentina, preencheu-se a câmara com cola de cianoacrilato (Wurth, Künzensaul, Alemanha).

Posteriormente, efetuou-se o polimento da dentina superficial das amostras seccionadas com um disco de lixa SiC de grão 600 (Buehler® Ltd, Lake Bluff, IL, EUA), sob água corrente, na máquina de polir LaboPol-4 (Struers, Ballerup, Dinamarca) (Fig. 18), com o intuito de remover o esmalte remanescente e simular a formação da *smear layer* (Fig.19).



Figura 15 - Dente colado com cera colante à base acrílica e delimitado com 2 traços correspondentes à localização dos futuros cortes perpendiculares.



Figura 16 - Base acrílica posicionada no micróto mo (Struers, Ballerup, Dinamarca) para a realização do primeiro corte.



Figura 17 - Micróto mo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Dinamarca).



Figura 18 – Máquina de polir (LaboPol-4, Struers, Dinamarca)

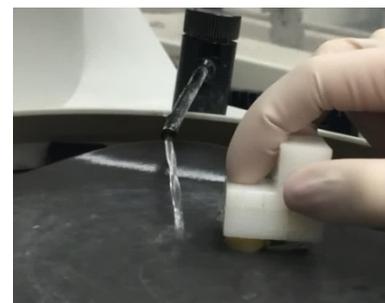


Figura 19 – Polimento com lixa SiC de grão 600 para simular a *smear layer*.

Após a preparação inicial das amostras, aplicaram-se os sistemas adesivos segundo as instruções do fabricante nos grupos SEP, S3B e FMSE. Nos grupos FL e FMER, previamente à aplicação do adesivo, condicionou-se a dentina com ácido ortofosfórico a 35%, durante 15 segundos (Scotchbond Etchant; 3M ESPE, Seefeld,

Alemanha) (tabela 1) (Figs. 20 e 21). Na tabela 3 são referidas as instruções do fabricante para a aplicação dos sistemas adesivos.

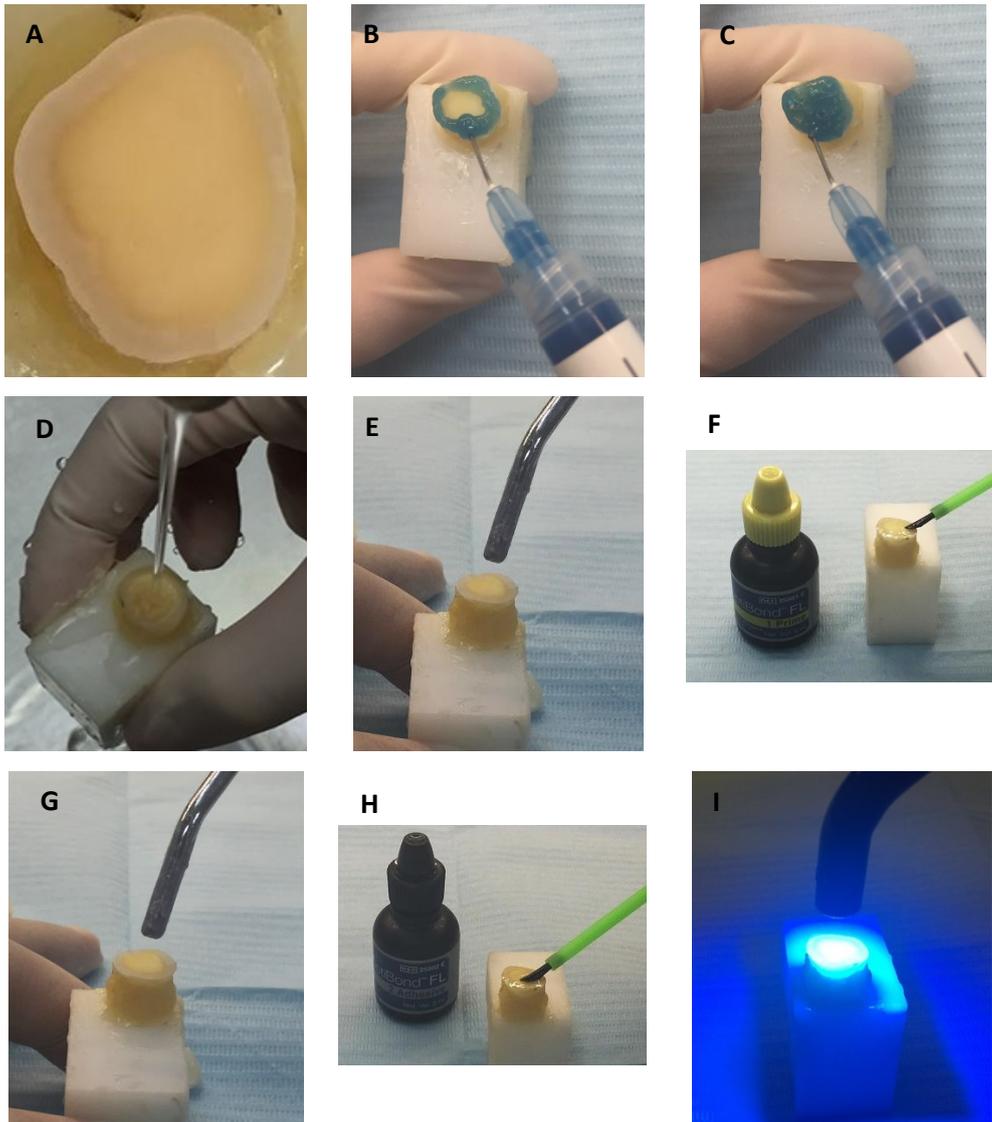


Figura 20 - Sequência de aplicação do sistema adesivo no grupo FL (A - Exposição da dentina superficial, após polimento; B e C - Aplicação de ácido ortofosfórico; D - Lavagem após condicionamento ácido; E - Secagem da superfície dentária com ar; F - Aplicação do *primer*; G - Secagem; H - Aplicação do *bond*; I - Fotopolimerização do adesivo).

Aplicados os sistemas adesivos, efetuaram-se blocos de resina com resina composta microhíbrida Filtek Z250 cor A2 (3M ESPE, Seefeld, Alemanha) (tabela 1) (Fig. 22) em incrementos de 2 mm até se atingir uma altura de 6 a 8 mm (Figs. 24 e 25). Cada incremento foi fotopolimerizado durante 20 segundos, segundo as indicações do fabricante, recorrendo ao fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Midleton, WI, EUA), com uma intensidade de 600 mW/cm² (Fig. 23), medida a cada 10 utilizações com um radiômetro Optilux Radiometer (SDS Kerr, Orange, EUA).

Tabela 3 - Indicações dos fabricantes para aplicação dos sistemas adesivos.

Adesivo	Instruções de aplicação segundo fabricante	
<p>Optibond™ FL (Kerr Corporation, Orange, CA, USA)</p>	<p>Aplicar ácido ortofosfórico a 35% na(s) superfície(s) dentária(s) durante 15 seg. Lavar durante 15 seg. Secar suavemente sem desidratar. Aplicar o <i>primer</i> com <i>microbrush</i> nas superfícies durante 15 seg. Secar durante 5 seg. Aplicar o <i>bond</i> durante 15 seg. Secar. Fotopolimerizar durante 20 seg.</p>	
<p>Clearfil SE Protect (Kuraray Noritake Dental Inc., Tokyo, Japan)</p>	<p>Aplicar o <i>primer</i> com pincel durante 20 seg. Secar. Aplicar o <i>bond</i>. Jato de ar de fraca intensidade. Fotopolimerizar 10 seg.</p>	
<p>Clearfil S3 Bond Plus (Kuraray Noritake Dental Inc, Tokyo, Japan)</p>	<p>Aplicar o adesivo na cavidade durante 10 seg. Secar mais do que 5 seg. Fotopolimerizar 10 seg.</p>	
<p>Futurabond M +</p>	<p>Self-Etch: Colocar 1 gota de adesivo numa bandeja de mistura. Aplicar o adesivo uniformemente em todas as superfícies da cavidade durante 20 seg. Jato de ar durante ≥ 5 seg. Fotopolimerizar durante 10 seg.</p>	<p>Etch-and-Rinse: Aplicar o ácido durante 15 seg. Lavar durante 15 seg e secar sem desidratar. Colocar 1 gota de adesivo numa bandeja de mistura. Aplicar o adesivo uniformemente em todas as superfícies da cavidade durante 20 seg. Jato de ar durante ≥ 5 seg. Fotopolimerizar durante 10 seg.</p>



Figura 21 – Ácido ortofosfórico (Scotchbond Etchant; 3M ESPE, Seefeld, Alemanha).



Figura 22 - Resina Filtek Z250, cor A2 (3M ESPE, Seefeld, Alemanha).

Em seguida, as amostras foram armazenadas em água destilada e colocadas numa estufa de incubação a 37°C (Memmert INE 400, Schwabach, Alemanha) (Fig. 26), durante 24 horas.



Figura 23 – Fotopolimerizador Optilux 501 (Kerr, Midleton, WI, EUA).



Figura 24 - Medição da altura do bloco de resina composta.

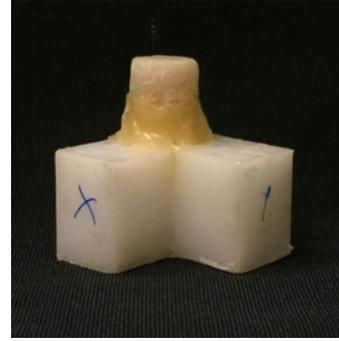


Figura 25 - Bloco de resina preparado.



Figura 26 - Estufa de incubação (Memmert INE 400, Schwabach, Alemanha).



Figura 27 - Máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tóquio, Japão).

Após este tempo, os grupos S3B1, SEP1, FMSE1, FMER1 e FL1 foram seccionadas longitudinalmente nos sentidos mesio-distal e vestibulo-lingual, a baixa rotação (0,125 mm/min), no micrótopo de tecidos duros, Accutom-50 (Struers, Ballerup, Dinamarca) (Fig. 17), por forma a obter-se palitos com uma secção transversal de $1 \pm 0,2 \text{ mm}^2$ (Figs. 28 e 32). Os palitos mais periféricos, relativos ao esmalte, foram descartados. Os restantes grupos (S3B2, SEP2, FMSE2, FMER2 e FL2) foram mantidas em estufa até perfazerem 3 meses e, depois, foram submetidas ao mesmo procedimento.

Os palitos obtidos foram colados, com cola de cianoacrilato (Zapid, Dental Ventures of America, Corona, CA, EUA), a jigs de aço inoxidável e submetidos a forças de microtração a uma velocidade de 0,5 mm/min até fraturarem, recorrendo a uma máquina de testes universal (Shimadzu Autograph AG-IS, Tóquio, Japão) e utilizando uma célula de carga de 5 kN (Figs. 29 e 30).

Após a fratura, os palitos foram retirados dos jigs e medidos nos sentidos X e Y, através de uma craveira digital (Storm Digital Caliper CDC/N 0-150 mm, Pontoglio, BS, Itália). A medição foi feita na zona mais próxima da interface dentina/resina, de modo a calcular a área da interface adesiva. Durante as medições, os palitos permaneceram sobre uma compressa humedecida com água destilada, colocada numa caixa de Petri, para evitar a sua desidratação (Fig. 31).

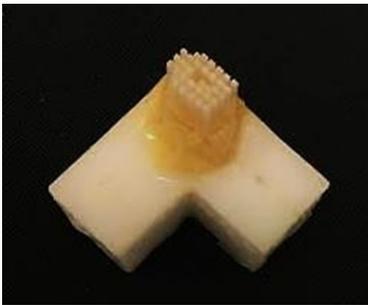


Figura 28 - Amostra seccionada nos sentidos mesio-distal e vestibulo-lingual.

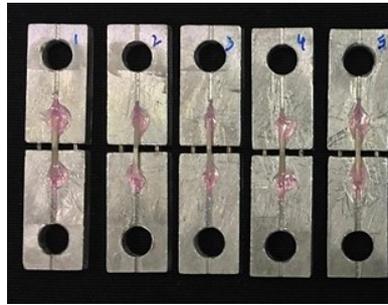


Figura 29 - Palitos colados com cola de cianoacrilato a jigs de aço inoxidável.



Figura 30 - Fratura do palito após aplicação de força.

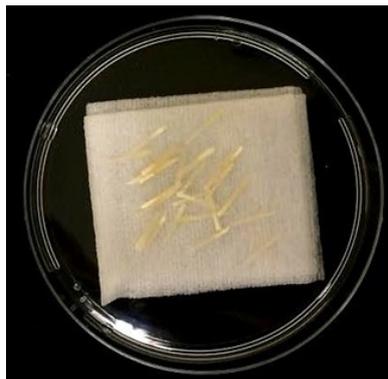


Figura 31 - Palitos armazenados em compressa humedecida com água destilada.

Registaram-se numa folha de cálculo os valores da área da interface adesiva e da força de fratura em kN, para determinar as forças adesivas em MPa de cada palito

submetido ao teste, sendo a resistência à microtração igual ao quociente da força aplicada no momento da fratura pela área de superfície aderida, em N/mm².

Também se analisou ao microscópio ótico Leica ATC 2000 (Reichert Inc., Buffalo, NY, EUA), com ampliação 20x, o tipo de fratura dos vários palitos, sendo classificadas em fraturas adesivas, coesivas ou mistas, tendo em conta o local de ocorrência da fratura (tabela 4). Realizou-se um registo fotográfico dos diferentes tipos de fratura, usando uma máquina fotográfica digital (Leica Microsystems® DF 290 HD, Alemanha), incorporada na lupa.

Os resultados obtidos foram validados estatisticamente ($p < 0.05$) no programa de estatística SPSS 22.0 (Armonk, NY, EUA) tendo-se utilizado o teste de Levene, o teste ANOVA *two-way* e o teste dos Contrastes Planeados. As amostras pré-falhas foram excluídas da análise estatística.

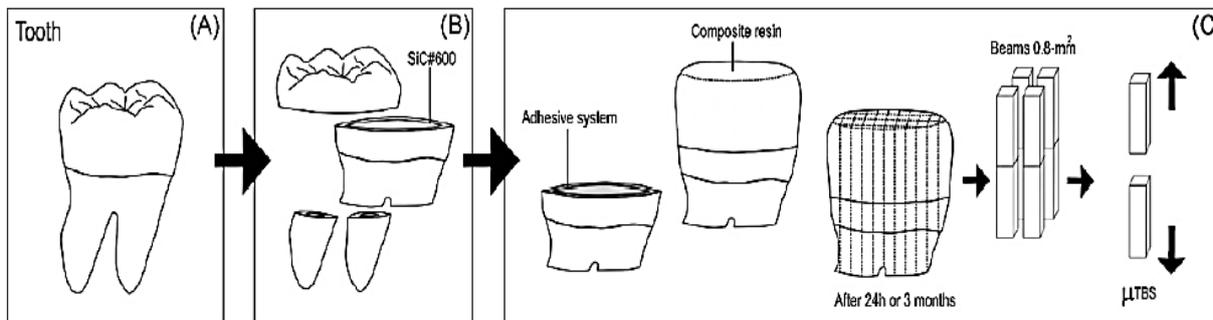


Figura 32 – Esquema representativo da preparação das amostras - μ TBS (Shinohara *et al.*, 2009).

Tabela 4 – Esquema representativo da classificação dos tipos de fratura.
R - Resina composta; D - dentina.

Tipo de Fratura	Imagem ilustrativa
Adesiva Ocorre na interface resina-dentina	
Coesiva na Dentina Ocorre apenas na dentina	
Coesiva na Resina Ocorre apenas na resina	
Mista Ocorre na interface adesiva e na resina ou dentina	

IV. RESULTADOS

Para facilitar a exposição dos dados obtidos recorreu-se às siglas com os seguintes significados:

- FL - Optibond FL;
- SEP - Clearfil SE Protect;
- S3B - Clearfil S3 Bond Plus;
- FM - Futurabond M+;
- SE - *Self-etch*;
- ER - *Etch-and-rinse*.

1. Exposição dos dados obtidos

Os valores médios de resistência adesiva por microtração obtidos para os grupos experimentais, após 24h e após 3 meses, estão expostos na tabela 5 e nos gráficos 33 e 34, respetivamente. Os respetivos número e tipo de fraturas resultantes da microtração estão resumidos no gráfico 37.

Tabela 5 - Resumo das médias em MPa, desvio padrão e número de amostras de cada grupo. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$).

Grupos	Média MPa	Desvio Padrão	N
FL1	29,8260 ^{AB}	8,75082	82
FL2	24,5949 ^A	9,24670	81
SEP1	32,9237 ^B	11,94957	82
SEP2	36,6325 ^B	13,03517	77
S3B1	27,0474 ^{AC}	8,34855	78
S3B2	22,1259 ^A	6,73023	82
FMSE1	21,4360 ^D	7,41152	82
FMSE2	19,5175 ^C	6,79758	75
FMER1	25,5155 ^{ACD}	8,79726	80
FMER2	21,6801 ^{AC}	7,24351	80

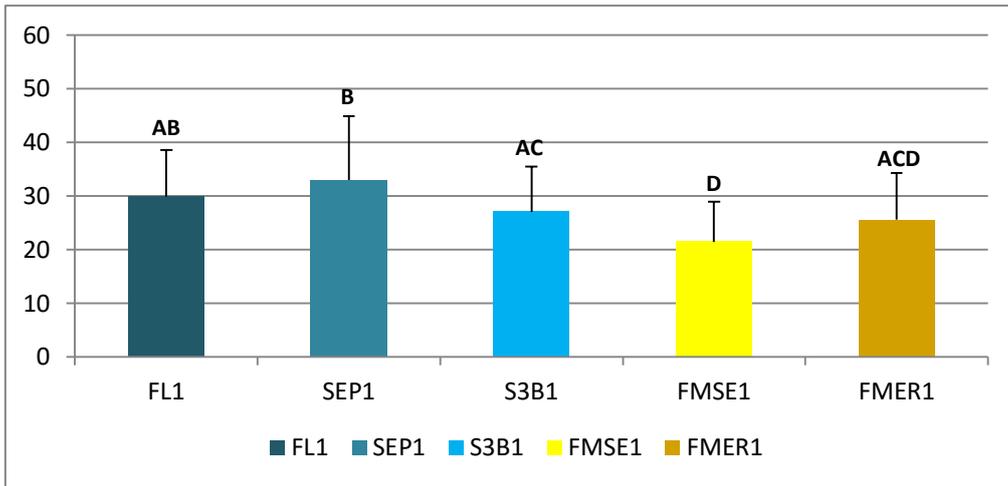


Figura 33 – Resumo das médias em MPa e desvio padrão de cada grupo às 24h. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$.

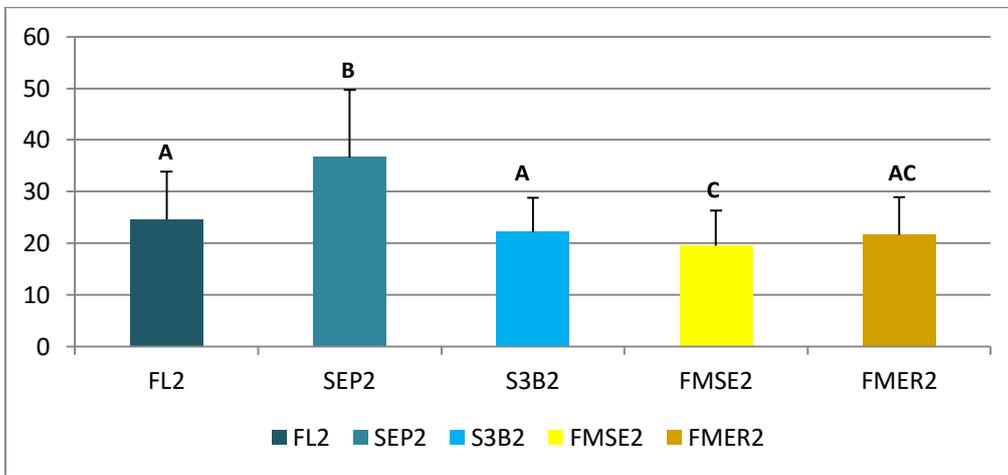


Figura 34 – Resumo das médias em MPa e desvio padrão de cada grupo aos 3 meses. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$.

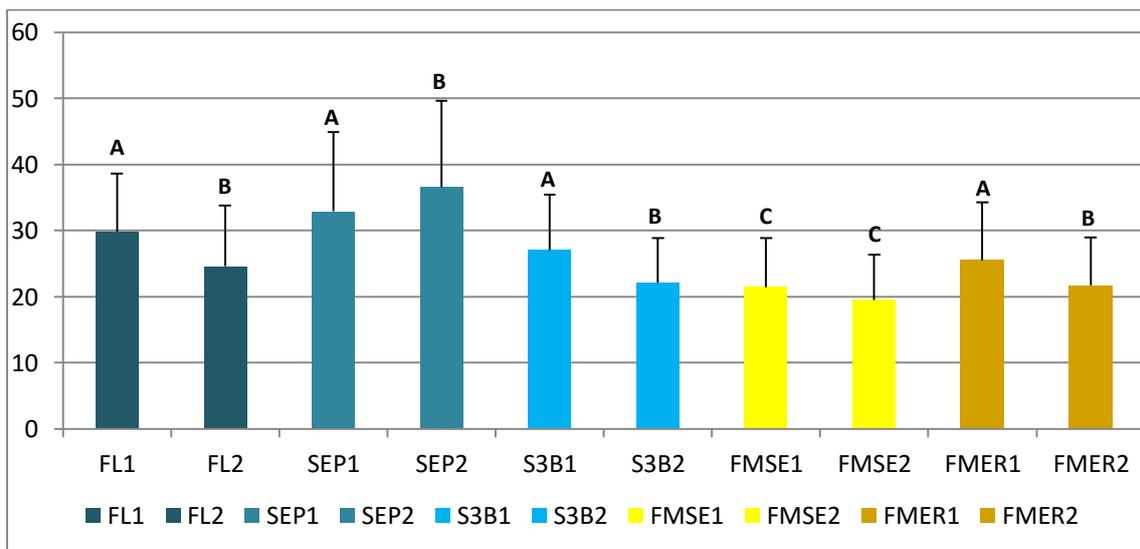


Figura 35 – Resumo das variações da resistência adesiva entre as 24 horas e os 3 meses, para cada tipo de adesivo. Médias com letras diferentes apresentam diferenças estatisticamente significativas para $p < 0.05$.

Observando a tabela 4 e os gráficos acima (Figs. 33 e 34), constata-se que a resistência adesiva à dentina por microtração difere significativamente entre os diferentes tipos de adesivos e que existem diferenças significativas nos valores de μ TBS medidos em dois tempos diferentes, para o mesmo tipo de adesivo.

Além disso, o adesivo SEP apresentou forças de adesão significativamente superiores face aos restantes grupos de adesivos, às 24h e aos 3 meses, acentuando-se essa diferença após os 3 meses de envelhecimento. O adesivo FL apresentou valores de resistência adesiva à dentina significativamente mais elevados aos dos adesivos FMSE e FMER, às 24h e aos 3 meses. Ainda quanto ao FL, este não revelou diferenças estatísticas em relação ao adesivo S3B em nenhum dos períodos de avaliação.

No que respeita às variações ao nível das forças de adesão para cada tipo de adesivo, das 24h para os 3 meses, verifica-se uma diminuição significativa para os adesivos FL, S3B e FMER e um aumento significativo para o adesivo SEP. Já o adesivo FMSE não apresenta alterações significativas nas forças de adesão das 24h para os 3 meses (Fig. 35).

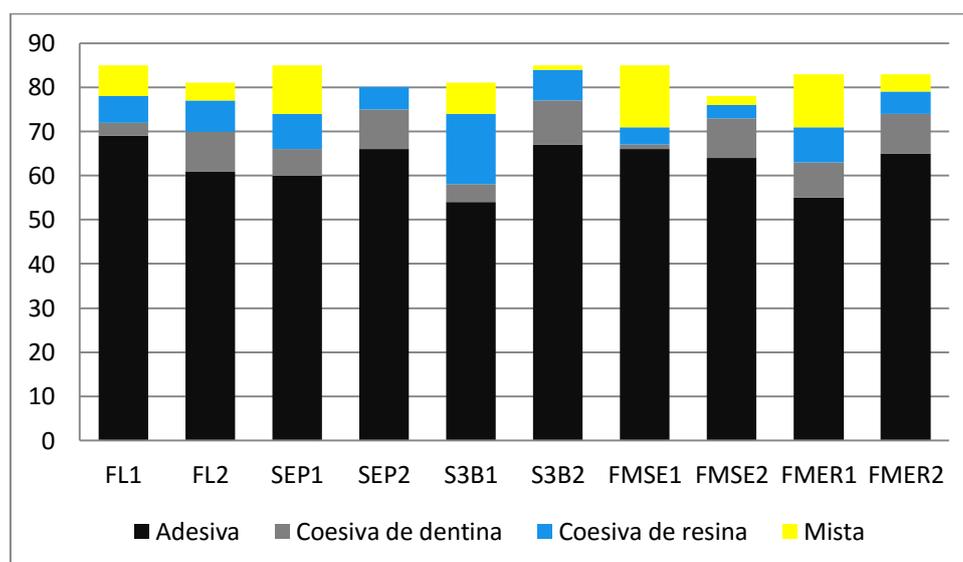


Figura 36 – Gráfico ilustrativo do número e tipo de fraturas dos grupos amostrais.

Após a análise do gráfico acima (Fig. 36), constata-se que em todos os grupos, em todos os momentos de avaliação (24h e 3 meses), as fraturas adesivas ocorreram em maior número. De salientar ainda que nos grupos das 24h, as falhas adesivas ocorreram em maior quantidade, seguindo-se as mistas, as coesivas de resina e, por último, as coesivas de dentina. Já no grupo dos 3 meses, as fraturas adesivas continuaram a ser as mais frequentes, seguindo-se as coesivas em dentina, as coesivas em resina e,

finalmente, as mistas, havendo, portanto, aos 3 meses, um aumento das fraturas coesivas de dentina e uma redução das fraturas de resina e mistas, comparativamente com os grupos das 24h.

2. Análise Estatística

Procedeu-se à comparação de vários tipos de adesivos (FL, SEP, S3B, FMSE e FMER) em dois momentos diferentes (24h e 3 meses), no que respeita à sua resistência adesiva (em MPa), mediante aplicação da ANOVA *two-way*.

Previamente à ANOVA *two-way*, aplicou-se o teste de Levene para homogeneidade de variância entre grupos. Verifica-se heterogeneidade de variância entre grupos ($p < 0.001$) de acordo com o teste de Levene, o que não impede a aplicação da ANOVA, uma vez que os subgrupos definidos pelos 2 factores (adesivo e tempo) têm dimensões comparáveis.

No anexo 1 encontram-se os resultados da ANOVA *two-way*.

De acordo com os resultados da ANOVA, conclui-se que:

- a resistência adesiva difere significativamente entre os diferentes tipos de adesivos ($p < 0.001$);
- a resistência adesiva difere significativamente entre as amostras medidas em momentos diferentes ($p < 0.001$);
- existe uma interação significativa entre o tipo de adesivo e o fator tempo ($p < 0.001$).

Estes dados podem ser visualizados no gráfico do anexo 2.

Face a àquela interação, aplicaram-se contrastes planeados de forma a comparar os diferentes tipos de adesivo, separadamente, nos 2 momentos considerados (24 horas e 3 meses), destacando-se os seguintes resultados:

- o adesivo SEP apresenta resistência adesiva significativamente superior à dos restantes adesivos, às 24 horas e aos 3 meses, sendo que essas diferenças se acentuam aos 3 meses;
- o adesivo FL apresenta resistência significativamente superior à dos adesivos FMSE e FMER, às 24 horas e aos 3 meses, sem diferenças para o adesivo S3B em nenhum desses momentos.

Tendo em conta a referida interação, aplicaram-se também contrastes planeados para avaliar as variações na resistência adesiva verificadas entre as 24 horas e os 3 meses, para cada tipo de adesivo e com os seguintes resultados:

- diminuição significativa da resistência adesiva das 24h para os 3m, para os adesivos 1 ($p < 0.001$), 3 ($p < 0.001$) e 5 ($p = 0.008$).
- aumento significativo da resistência adesiva no referido período para o adesivo 2 ($p = 0.010$).
- adesivo 4 sem alterações significativas na resistência ($p = 0.185$).

V. DISCUSSÃO

As tendências contemporâneas na área da dentisteria adesiva estão orientadas para o desenvolvimento e comercialização de sistemas adesivos simples e rápidos de aplicar e que, simultaneamente, proporcionem uma união eficaz, estável e duradoura ao longo do tempo, entre o material restaurador e o substrato dentário.

Face à panóplia de sistemas adesivos existente no mercado é imperativo estudá-los e testá-los de forma a aperfeiçoar as estratégias adesivas e, conseqüentemente, garantir uma maior longevidade das restaurações adesivas.

Além da importância do potencial adesivo dos materiais, a sua durabilidade é o fator que mais influencia a longevidade clínica das restaurações adesivas e está dependente de vários elementos, como: (1) propriedades estruturais, físicas e químicas dos substratos; (2) presença de contaminantes na superfície do substrato; (3) dimensões e configuração da cavidade (fator C); (4) composição dos sistemas adesivos; (4) tipo de resina composta, bem como a sua técnica de inserção e o protocolo de polimerização; (5) desenvolvimento de tensões externas que competem com as forças resultantes dos procedimentos adesivos; (6) mecanismo de transmissão e distribuição das forças pela interface adesiva aliado às condicionantes determinadas pelo ambiente oral, sujeito naturalmente a variações térmicas, mecânicas, microbiológicas e químicas, nomeadamente de pH; (7) hábitos parafuncionais (Breschi *et al.*, 2008; Cardoso *et al.*, 2011).

Presentemente, a realização de estudos *in vitro* que avaliem a resistência adesiva objetiva estudar o comportamento clínico do sistema adesivo utilizado, bem como comparar o potencial adesivo de novos produtos e/ou metodologias e perceber quais os fatores que podem influenciar a adesão.

Para que seja exequível a correlação entre os dados obtidos *in vitro* e o comportamento clínico dos adesivos em estudo, é necessário padronizar os procedimentos laboratoriais. Como tal, esta investigação foi realizada em conformidade com a norma ISO/TS 11405:2015 que fornece orientações relativas à seleção, armazenamento e manipulação do substrato dentário e também informa sobre as características essenciais dos diferentes testes que avaliam a qualidade da adesão.

A resistência adesiva por microtração foi o teste utilizado para avaliar a eficácia dos adesivos em estudo pois, como anteriormente referido, relativamente aos restantes testes avaliativos da resistência adesiva, a microtração é capaz de medir forças de adesão em áreas de interface inferiores a 1 mm², possibilita o estudo de diferentes

regiões de um mesmo dente, fornece um grande número de amostras sob a forma e “palitos”, a partir de um só dente, permitindo calcular médias e variâncias individualmente. Além disso, a utilização de amostras de menores dimensões não só proporciona uma melhor distribuição da força e uma menor probabilidade de ocorrência de defeitos na interface adesiva (bolhas ou *cracks*), o que, conseqüentemente, se traduz numa redução significativa do número de falhas coesivas e em resultados mais credíveis e aproximados da realidade (Ghassemieh, 2008; Hamouda *et al.*, 2011), como facilita a análise do tipo de fratura ocorrido (Armstrong *et al.*, 2010; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

O teste de microtração, além de originar um maior número de fraturas adesivas (sendo estas as únicas que nos dão informação fidedigna no que respeita à resistência adesiva), regista forças de adesão mais elevadas. Já nos outros testes convencionais, uma vez que utilizam áreas de maiores dimensões, as fraturas mais frequentes são as coesivas, registando-se valores de resistência adesiva inferiores (Ghassemieh, 2008; Hamouda *et al.*, 2011).

De acordo com a literatura, as amostras cujas fraturas sejam classificadas como coesivas ou mistas devem ser desprezadas. A fratura coesiva deve-se a erros de alinhamento da amostra na máquina de teste utilizada ou à introdução de *microcracks* durante o corte da mesma (Scherrer *et al.*, 2010). Porém, para Braga e colaboradores (2010), a ocorrência de fraturas coesivas pode dever-se essencialmente a uma distribuição não uniforme das tensões aplicadas, que se concentram numa região muito localizada, promovendo o início da formação de uma fenda que leva à propagação de uma falha. A fratura mista não é conclusiva, uma vez que não permite saber com exatidão que tipo de fratura ocorreu (Scherrer *et al.*, 2010). Com base nesta informação, após termos realizado a classificação das fraturas em adesivas, coesivas ou mistas, excluímos as amostras cujas fraturas não foram adesivas.

Salienta-se que a oscilação de resultados referentes às resistências adesivas entre diferentes amostras testadas pode dever-se a: diferenças estruturais nos substratos; variabilidade na reprodução do protocolo experimental, na preparação das amostras (por exemplo: possível presença de falhas na colocação da resina composta e/ou do sistema adesivo) e existência de variáveis do teste avaliativo da resistência adesiva (tamanho e geometria da amostra; método de aplicação da força na amostra; espessura do filme adesivo; módulo de elasticidade dos materiais envolvidos) (Armstrong *et al.*, 2010; Braga *et al.*, 2010; Farias *et al.*, 2016). Esta variabilidade de resultados pode servir de indicador da performance do adesivo, pois uma baixa variabilidade é indicativa de rigor

metodológico e/ou de uma baixa sensibilidade técnica da aplicação do adesivo (Van Landuyt *et al.*, 2009).

Como já mencionado, o tipo de resina composta utilizado na preparação das amostras pode influenciar a resistência adesiva devido às diferenças no módulo de elasticidade e, eventualmente, a diferenciais na magnitude da contração de polimerização. Portanto, quanto menor o módulo de elasticidade, menores parecem ser as forças de adesão. (Cardoso *et al.*, 2011). Como tal, todos os grupos foram restaurados com a mesma resina composta (Filtek Z250) (embora que de lotes diferentes).

Os sistemas adesivos *etch-and-rinse* de três passos são considerados o “gold standard” na área da dentisteria adesiva pelo elevado desempenho que apresentam *in vivo* e *in vitro* em ambos os substratos dentários (Loguercio *et al.*, 2014; Rosa *et al.*, 2015; Van Meerbeek *et al.*, 2010; 2011). Daí que sejam frequentemente utilizados como adesivo controle na comparação da performance de novos adesivos lançados no mercado (Van Meerbeek *et al.*, 2010). Contudo, no que respeita à adesão à dentina, diversas investigações têm demonstrado que o desempenho dos sistemas adesivos *self-etch* de 2 passos se equipara à dos *etch-and-rinse* de 3 passos (Ermis *et al.*, 2012) e que por vezes é superior (Walter *et al.*, 2011; Sezinando *et al.*, 2012; Farias *et al.*, 2016). Como tal, o adesivo Clearfil SE Protect serviu igualmente, nesta investigação, de controle.

O Optibond FL é o adesivo de referência no que respeita aos *etch-and-rinse* de 3 passos pelas ótimas propriedades mecânicas que possui: elevada resistência adesiva à microtração, reduzida nanoinfiltração e um elevado grau de conversão (Loguercio *et al.*, 2014; Perdigão, 2010), quando comparado com adesivos da mesma classe como o Scotchbond Multi-Purpose (3M ESPE), All-Bond 3 (Bisco Inc.) e o Fusion Duralink (Angelus) (Sezinando, 2014). Além disso, Loguercio e colaboradores (2014) referem que o elevado desempenho deste adesivo parece dever-se à presença do GPDM na sua composição, capaz de interagir quimicamente com a hidroxiapatite, e à aplicação de camada de resina hidrofóbica em separado, a qual apresenta uma elevada percentagem de partículas que parece aliviar as tensões resultantes da contração de polimerização das resinas compostas.

Em relação aos valores de resistência adesiva à dentina obtidos após o período de 24 horas de teste para o adesivo Optibond FL, estes foram semelhantes aos dos estudos de Scherrer *et al.*, 2010 e Walter *et al.*, 2011, embora o procedimento

experimental deste último difere do nosso, quanto à amostra (utilização de incisivos bovinos) e à velocidade de tração do teste de microtração (1 mm/min).

Em contrapartida, nos estudos realizados por Sarr *et al.*, 2010, De Munck *et al.*, 2011, Loguercio *et al.*, 2014 e Farias *et al.*, 2016, as médias de força adesiva à dentina obtidas para o Optibond FL foram superiores. O protocolo dos estudos de De Munck *et al.*, 2011 e Farias *et al.*, 2016, diferiu do nosso a nível de: solução de armazenamento dos dentes (cloramina tri-hidratada a 0,5%); resina composta utilizada, bem como tempo de polimerização da mesma (40s); velocidade de tração da força no teste de microtração (1 mm/min).

É conhecido que o protocolo de aplicação deste sistema adesivo é extremamente sensível, uma vez que exige, por parte do operador, um cuidado extremo na manutenção do grau de hidratação ideal da dentina após o condicionamento ácido, pois a excessiva desidratação daquela resulta no colapso da rede de colagénio, impedindo a infiltração da resina adesiva (Cardoso *et al.*, 2011; De Munck *et al.*, 2011; Sezinando, 2014). Também a utilização do ácido como passo isolado (e ultrapassando os 15 segs) pode traduzir-se numa sobre-desmineralização da dentina e, conseqüentemente, em nanoinfiltração. Como resultado, obtém-se uma adesão de menor resistência e uma camada híbrida mais propensa à degradação hidrolítica e enzimática ao longo do tempo (Delbons *et al.*, 2015; Beltrami *et al.*, 2016). Por consequência, os valores baixos apresentados pelo nosso estudo, em comparação com os apresentados pela maioria da literatura, poderão estar relacionados com estes fatores.

No que respeita ao grupo submetido aos três meses de armazenamento em água, houve uma diminuição das forças de adesão, estatisticamente significativa, à dentina, em comparação com as obtidas no grupo das 24 horas, tal como no estudo de De Munck *et al.*, 2011.

O sistema adesivo *self-etch* 2 passos Clearfil Protect Bond foi descontinuado pela Kuraray e re-introduzido no mercado como Clearfil SE Protect e foi aquele que obteve, no nosso estudo, valores de resistência adesiva à dentina mais elevados às 24h, apresentando uma performance ainda maior após os 3 meses de envelhecimento. No entanto, apresenta uma eficácia inferior à do Clearfil SE Bond (Kuraray), considerado o “gold standard” desta família de adesivos (Shinohara *et al.*, 2009; Sarr *et al.*, 2010; De Munck *et al.*, 2011; Perdigão, 2014).

No que respeita aos resultados obtidos para o grupo das 24h do adesivo Clearfil SE Protect, estes encontram-se em consonância com Sarr *et al.*, 2010 e Pupo *et al.*,

2014. Contudo, o grupo dos três meses de envelhecimento apresentou uma média de resistência adesiva significativamente superior à do grupo das 24h. O aumento das forças de adesão deste adesivo após envelhecimento é referido na literatura, embora com valores de MPa mais elevados que os nossos (Shinohara *et al.*, 2009; De Munck *et al.*, 2011; Cobanoglu *et al.*, 2014).

Há autores que defendem que a grande variabilidade existente ao nível do desempenho clínico dos sistemas adesivos self-etch se deve às diferenças de composição química, mais especificamente ao grau de acidez, à estabilidade hidrolítica e à capacidade de interação química que os monómeros funcionais que os constituem apresentam (Van Landuyt *et al.*, 2007; Van Meerbeek *et al.*, 2010). Sezinando e colaboradores (2012) referem ainda que o sucesso clínico e laboratorial destes adesivos se deve, para além da composição química, à aplicação de uma camada de resina adesiva hidrofóbica em separado (sem água e sem solvente), uma vez que parece limitar a difusão de água através da camada híbrida.

O Clearfil SE Protect é um sistema adesivo de acidez fraca (pH=2) que desmineraliza superficialmente a dentina até uma profundidade de 0,5 e 1 μm , deixando parte da *smear layer* e *smear plugs* intactos (bem como uma quantidade substancial de hidroxiapatite) e permitindo que a dentina condicionada consiga reter micromecanicamente o adesivo, por um processo de hibridização, formando-se uma camada híbrida, ainda que com espessura muito reduzida. Por outro lado, a preservação de algum teor de hidroxiapatite pode funcionar como recetor para uma adesão química adicional (Van Meerbeek *et al.*, 2003, 2011; Salvio *et al.*, 2013). A conjugação da capacidade de adesão química à dentina conjuntamente com a formação de uma camada híbrida superficial, mas uniforme, parece ter um papel importante na resistência destes adesivos *self-etch* à degradação hidrolítica ao longo do tempo (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Coelho *et al.*, 2012; Cobanoglu *et al.*, 2014; Delbous *et al.*, 2015).

Além disso, apresentam na sua constituição o 10-MDP que é, dos monómeros funcionais, aquele que promove uma interação química mais efetiva e estável em água, contribuindo para o aumento da resistência mecânica da interface adesiva, o que poderá ter contribuído para o aumento das forças de adesão após os 3 meses de envelhecimento (Cobanoglu *et al.*, 2014; Sezinando, 2014). O adesivo possui flúor na sua constituição, estando descrito na literatura que este aumenta a estabilidade da interface resina-dentina quando submetida ao armazenamento em água durante 1 ano, uma vez que o flúor libertado pelo adesivo penetra e difunde-se facilmente pela dentina, sendo capaz de

remineralizar a dentina desmineralizada que não se encontra completamente infiltrada por resina. A estabilidade deste adesivo pode também ser atribuída à presença do monómero anti-bacteriano MDPB, composto por sais à base de amónio quaternário que parecem ter um efeito inibitório sobre as MMPs (ação anti-MMPs), contribuindo para a criação de uma ligação mais duradoura entre o adesivo e o substrato dentinário (Cobanoglu *et al.*, 2014).

Devido à elevada hidrofília dos monómeros que constituem os adesivos *self-etch* de um passo, estes adesivos comportam-se como membranas semipermeáveis, permitindo o movimento de água através da interface adesiva, mesmo depois de polimerizados (Cardoso *et al.*, 2011; Baracco *et al.*, 2013; Sezinando, 2014). Essa infiltração de água torna a interface adesiva mais suscetível à degradação hidrolítica, comprometendo, assim, a longevidade da adesão e origina uma maior percentagem de fraturas coesivas na resina adesiva (Van Landuyt *et al.*, 2007; Baracco *et al.*, 2013; Sezinando, 2014). Estudos afirmam ainda que o grau de degradação destes adesivos é dependente da composição química do adesivo utilizado, em especial do seu monómero funcional (Van Landuyt *et al.*, 2007; Van Meerbeek *et al.*, 2010)

O sistema adesivo *self-etch* de um passo Clearfil S3 Bond Plus é relativamente recente no mercado, pelo que as publicações disponíveis são muito escassas, não sendo possível comparar a performance deste adesivo após envelhecimento. Os valores de resistência adesiva do grupo das 24h foram bastante inferiores àqueles obtidos por Ramos *et al.*, 2016. Esta discrepância de valores pode dever-se a diferenças ao nível do protocolo aplicado no estudo de Ramos e colaboradores, nomeadamente: diferenças na amostra utilizada (molares decíduos); diferenças ao nível da resina composta utilizada, bem como na construção dos blocos de resina (incrementos de 1,5 mm) e no tempo de polimerização dos mesmos (40s).

A introdução do sistema adesivo universal Futurabond M+ no mercado também é relativamente recente, daí a ausência de estudos disponíveis, o que impossibilitou a comparação dos valores médios de força de adesão obtidos nesta investigação.

Tendo em conta os estudos *in vitro* realizados até ao momento, a performance dos sistemas adesivos universais depende da estratégia adesiva utilizada (Rosa *et al.*, 2015; Sezinando *et al.*, 2015). De acordo com Rosa e colaboradores (2015), com base em revisões sistemáticas, o condicionamento ácido à dentina prévio à aplicação do sistema adesivo, no caso dos sistemas adesivos multi-modo de acidez fraca, não influencia os valores de resistência adesiva. Contudo, no nosso estudo constatámos que

o Futurabond M +, adesivo de acidez fraca, apresentou melhor eficácia quando aplicado na forma de *etch-and-rinse*, comparativamente à sua aplicação na forma de *self-etch* em ambos os períodos de envelhecimento, embora a diferença seja estatisticamente insignificante. Há autores que defendem que a aplicação prévia do ácido na dentina se traduz numa maior penetração dos adesivos *self-etch* em profundidade, criando-se *resin tags* mais longos e camadas híbridas mais espessas e, por consequência, valores de forças de adesão mais elevados. O aumento da resistência adesiva com a aplicação de ácido a sistemas adesivos *self-etch all-in-one* sugere que a incorporação da *smear layer* na interface adesiva reduz a eficácia adesiva, uma vez que esta atua como uma barreira, o que dificulta a penetração dos monómeros de resina (Muñoz *et al.*, 2013, 2014; Sezinando *et al.*, 2015).

A informação disponível na *material safety data sheet* (MSDS) do Futurabond M+ respeitante à composição química deste adesivo é parca, pelo que não nos permite tirar muitas conclusões. Além disso, o monómero funcional deste adesivo é designado, pelo fabricante, como fosfato monometacrilato, não fazendo qualquer alusão ao monómero 10-MDP. A eventual inexistência do 10-MDP na constituição do adesivo (um vez que este não é mencionado na MSDS) poderá estar na origem dos reduzidos valores de força adesiva do Futurabond M+ (Wagner *et al.*, 2014).

Comparando ainda este adesivo com outros sistemas adesivos universais de referência, constatámos que: as forças de adesão, às 24h, para o Futurabond M+ na componente *self-etch* foram semelhantes às dos adesivos All Bond Universal (Bisco Inc., Schaumburg, IL, EUA) e Scotchbond Universal (3M ESPE, Seefeld, Alemanha), na forma de *self-etch*, mas inferiores àqueles na componente *etch-and-rinse*; as forças de adesão do futurabond M+ foram superiores à do adesivo G Bond Plus (Tóquio, Japão) em ambas as vertentes de aplicação, às 24h e após envelhecimento; os 3 adesivos universais de referência obtiveram, tal como nós, valores superiores de resistência adesiva quando aplicados na vertente *etch-and-rinse* (Muñoz *et al.*, 2015; Sezinando *et al.*, 2015). Nos estudos de Muñoz *et al.*, 2015 e Sezinando *et al.*, 2015, o protocolo experimental foi semelhante ao nosso, diferindo apenas na inclusão dos valores das amostras pré-falhas; no tipo de resina composta utilizada (Opallis e Filtek Z350, respectivamente) e no tempo de polimerização superior (40s).

1. Relevância Clínica

A introdução no mercado de sistemas adesivos simplificados como o *self-etch* de um passo objetivou rentabilizar o tempo de clínica sem comprometer a eficácia adesiva. Contudo, o aparecimento dos sistemas adesivos universais proporcionou, além de rentabilidade, a possibilidade do Médico Dentista escolher a estratégia de aplicação mais indicada para cada situação clínica.

A presente investigação *in vitro* pretende, dentro das suas limitações, demonstrar a eficácia adesiva à dentina de sistemas adesivos recentemente introduzidos no mercado (Futurabond M+ e Clearfil S3 Bond Plus), face aos adesivos de referência Clearfil SE Protect e Optibond FL, cuja elevada performance clínica e laboratorial está exaustivamente comprovada. Como tal, estes dois últimos adesivos serviram de controlo para comparar a performance com aqueles adesivos mais recentes.

VI. CONCLUSÃO

Dentro das limitações do nosso estudo *in vitro* e com base nos resultados obtidos, podemos concluir que:

1. O Clearfil SE Protect foi aquele que apresentou valores significativamente mais elevados de resistência adesiva à dentina por microtração para com todos os adesivos estudados, após os dois períodos de envelhecimento;
2. O Clearfil SE Protect apresentou um aumento significativo das forças de adesão aos 3 meses, face às das 24h.
3. O Optibond FL apresentou valores de resistência adesiva significativamente semelhantes ao adesivo Clearfil S3 Bond Plus;
4. O Optibond FL apresentou valores de resistência adesiva significativamente mais elevados, face ao adesivo Futurabond M+, nas suas duas vertentes de aplicação;
5. O Futurabond M+ não apresentou diferenças estatisticamente significativas nos valores de resistência adesiva, quer às 24h, quer aos 3 meses, entre as suas duas formas de aplicação;
6. Com exceção do Clearfil SE Protect, todos os adesivos mostraram ser sensíveis à degradação hidrolítica após 3 meses de armazenamento em água destilada;
7. Os adesivos FL, S3B e FMER apresentaram uma diminuição significativa da resistência adesiva das 24h para os 3 meses, por seu lado o SEP apresentou um aumento significativo das forças de adesão para esse mesmo período e o FMSE não exibiu alterações significativas.

Com base nestas conclusões, rejeita-se a hipótese nula, aceitando-se a hipótese alternativa.

1. Perspetivas Futuras

Considerando os resultados obtidos nesta investigação e dada a escassez de publicações relativas aos sistemas adesivos *self-etch* de 1 passo e universais, torna-se importante a análise continuada dos mesmos, através de estudos que:

- a. avaliem a eficácia adesiva por microtração e degradação da interface adesiva por nanoinfiltração, quando sujeitos a diferentes métodos e tempos de envelhecimento;
- b. comparem os vários sistemas adesivos universais existentes no mercado, quer *in vitro* quer *in vivo*;
- c. compararem os vários sistemas adesivos *self-etch* de 1 passo existentes no mercado, *in vivo* e *in vitro*;
- d. verifiquem a integridade das interfaces adesivas dos diferentes adesivos desta investigação, através de testes de microinfiltração;
- e. avaliem a eficácia adesiva em diferentes substratos dentários, com e/ou sem cárie, à semelhança do que acontece clinicamente.

VII. BIBLIOGRAFIA

- Alex, G. (2015). Universal Adhesives: The Next Evolution in Adhesive Dentistry? *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 36(1), 15–26.
- 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), e50–e62. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.155>
- Baracco, B., Fuentes, M. V., Garrido, M. A., González-López, S., & Ceballos, L. (2013). Effect of thermal aging on the tensile bond strength at reduced areas of seven current adhesives. *Odontology*, 101(2), 177–185. <http://doi.org/10.1007/s10266-012-0073-2>
- Beltrami, R., Chiesa, M., Scribante, A., Allegretti, J., & Poggio, C. (2016). Comparison of shear bond strength of universal adhesives on etched and nonetched enamel. *Journal of Applied Biomaterials & Functional Materials*, (April), 0–0. <http://doi.org/10.5301/jabfm.5000261>
- Berkovitz, B. K., Holland, G. R., & Moxham, B. J. (2009). Oral Anatomy, Histology and Embryology. *Oral Anatomy, Histology and Embryology* (4th Edition, pp.105-151). Mosby Elsevier.
- Bonifácio, C. C., Shimaoka, A. M., de Andrade, A. P., Raggio, D. P., van Amerongen, W. E., & de Carvalho, R. C. R. (2012). Micro-mechanical bond strength tests for the assessment of the adhesion of GIC to dentine. *Acta Odontologica Scandinavica*, 70(6), 555–63. <http://doi.org/10.3109/00016357.2011.640280>
- Boushell, L. W., & Sturdevant, J. R. (2013). Clinical Significance of Dental Anatomy, Histology, Physiology, and Occlusion. In *Sturdevant's Art and Science of Operative Dentistry* (pp. 1–40). St. Louis, Missouri: Elsevier Mosby.
- Braga, R. R., Meira, J. B. C., Boaro, L. C. C., & Xavier, T. A. (2010). Adhesion to tooth structure: A critical review of “macro” test methods. *Dental Materials*, 26(2), 38–49. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.150>
- Breschi, L., Ferracane, J. L., Cadenaro, M., Mazzoni, A., & Hilton, T. J. (2013). Adhesion to Enamel and Dentin. In T. J. Hilton, J. L. Ferracane, & J. C. Broome (Eds.), *Summit's Fundamentals of Operative Dentistry: A Contemporary Approach* (4th Edition, pp. 207–242). Carol Stream, Illinois: Quintessence Publishing Company.

- Breschi, L., Mazzone, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De Stefano Dorigo, E. (2008). Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials*, 24(1), 90–101. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>
- Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. <http://doi.org/10.1177/00220345550340060801>
- Carvalho, R. M., Manso, A. P., Geraldini, S., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2012). Durability of Bonds and Clinical Success of Adhesive Restorations. *Dental Materials*, 28(1), 72-86. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2011.09.011>
- Cardoso, M. V., De Almeida Neves, A., Mine, A., Coutinho, E., Van Landuyt, K., De Munck, J., & Van Meerbeek, B. (2011). Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian Dental Journal*, 56 (Suppl. 1), 31–44. <http://doi.org/10.1111/j.1834-7819.2011.01294.x>
- Cavaleiro, A. & Ramos, J. C. (2009). Adesão e Sistemas Adesivos. In J. C. Ramos, *Estética em Medicina Dentária* (1st Edition, pp. 14-26). Amadora: Abbott Laboratórios, Lda.
- Chen, C., Niu, L.-N., Xie, H., Zhang, Z.-Y., Zhou, L.-Q., Jiao, K., Chen, J. H., Pashley, D. H., & Tay, F. R. (2015). Bonding of universal adhesives to dentine – Old wine in new bottles? *Journal of Dentistry*, 43(5), 525–536. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.03.004>
- Cobanoglu, N., Ozturk, B., Sengun, A., Cetin, A. R., & Ozer, F. (2014). Effect of accelerated aging on the bonding performance of fluoridated adhesive resins. *Dental Materials Journal*, 33(1), 92–97. <http://doi.org/10.4012/dmj.2013-107>
- Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N. R., Oliveira, S. A., & Marques, P. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários – revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária E Cirurgia Maxilofacial*, 53(1), 39–46. <http://doi.org/10.1016/j.rpemd.2011.11.008>
- Colucci, V., Palma-dibb, R. G., & Corona, S. A. M (2007). Assessment of In Vitro Methods Used to Promote Adhesive Interface Degradation: A Critical Review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 19(6), 340–54. <http://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2007.00134.x>

- Dantas, D. C., Ribeiro, A. I., Lima, L. H., de Lima, M. G., Guênes, G. M., Braz, A. K., & Braz, R (2008). Influence of water storage time on the bond strength of etch-and-rinse and self-etching adhesive systems. *Brazilian dental journal*, 19(3), 219–23.
- Dalli, M., Çolak, H., & Mustafa Hamidi, M. (2012). Minimal intervention concept: a new paradigm for operative dentistry. *Journal of Investigative and Clinical Dentistry*, 3(3), 167–75. <http://doi.org/10.1111/j.2041-1626.2012.00117.x>
- Delbons, F. B., Perdigão, J., Araujo, E., Melo Freire, C. A., Caldas, D. D., Cardoso, J. L., Pagani, M., Borges, G. A., & Lima, R. B. (2015). Randomized clinical trial of four adhesion strategies in posterior restorations - 18-month results. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 27(2), 107–117. <http://doi.org/10.1111/jerd.12135>
- De Munck, J., Mine, A., Vivan Cardoso, M., De Almeida Neves, A., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., & Van Meerbeek, B. (2011). Effect of dentin location and long-term water storage on bonding effectiveness of dentin adhesives. *Dental Materials Journal*, 30(1), 7–13. <http://doi.org/10.4012/dmj.2010-085>
- Ermis, R. B., van Landuyt, K. L., Cardoso, M. V., de Munck, J., van Meerbeek, B., & Peumans, M. (2012). Clinical effectiveness of a one-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions at 2 years. *Clinical Oral Investigations*, 16(3), 889–897. <http://doi.org/10.1007/s00784-011-0565-4>
- Farias, D. C. S., Caldeira de Andrada, M. A., Boushell, L. W., & Walter, R. (2016). Assessment of the initial and aged dentin bond strength of universal adhesives. *International Journal of Adhesion and Adhesives*, 70, 53–61. <http://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2016.05.008>
- Ferraris, M., & Muñoz, A (2009). Esmalte. In Ferraris, M., & Muñoz, A, *Histología y Embriología Bucodental* (third edition ed., pp. 295-332). Editorial Médica Panamericana.
- Florescu, A., Efrem, I. C., Haidoiu, C., Hertzog, R., & Bicleșanu, F. C. (2015). Microscopy comparative evaluation of the SE systems adhesion to normal and sclerotic dentin. *Romanian Journal of Morphology and Embryology*, 56(3), 1051-1056.
- Fruits, T. J., Khajotia, S. S., & Nicholson, J. W. (2013). Biologic considerations. In T. J. Hilton, J. L. Ferracane, & J. C. Broome, *Summitt's Fundamentals of Operative*

- Dentistry: A Contemporary Approach* (4th Edition ed., pp. 1-36). Quintessence books.
- Fusayama, T., & Terachima, S. (1972). Differentiation of two layers of carious dentin by staining. *Journal of Dental Research*, 51(3), 866.
- Ghassemieh, E. (2008). Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dental Materials*, 24(4), 536–547. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2007.06.022>
- Giannini, M., Makishi, P., Almeida Ayres, A. P., Moreira Vermelho, P., Marin Fronza, B., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). Self - Etch Adhesive Systems : A Literature Review. *Brazilian Dental Journal*, 26(1), 3–10. <http://doi.org/10.1590/0103-6440201302442>
- Habelitz, S., Marshall, S. J., Marshall, G. W. Jr., & Balooch, M. (2001). Mechanical Properties of Human Dental Enamel on the Nanometre Scale. *Archives of Oral Biology*, 46(2), 173-183.
- Hamouda, I. M., Samra, N. R., & Badawi, M. F. (2011). Microtensile bond strength of etch and rinse versus self-etch adhesive systems. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 4(3), 461–466. <http://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2010.12.007>
- Hass, V., Luque-Martinez, I. V., Gutierrez, M. F., Moreira, C. G., Gotti, V. B., Feitosa, V. P., Koller, G., Otuki, M. F., Loguercio, A.D., & Reis, A. (2016). Collagen cross-linkers on dentin bonding: Stability of the adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and in situ MMP inhibition. *Dental Materials*, 2(6):732-41. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2016.03.008>
- Isolan, C. P., Valente, L. L., Münchow, E. A., Basso, G. R., Pimentel, A. H., Schwantz, J. K., Da Silva, A. V., & Moraes, R. R. (2014). Bond strength of a universal bonding agent and other contemporary dental adhesives applied on enamel, dentin, composite, and porcelain. *Applied Adhesion Science*, 2(1), 25. <http://doi.org/10.1186/s40563-014-0025-x>
- Junqueira, L. C., & Carneiro, J. (2004). O trato digestivo. In *Histologia Básica* (pp. 285-291). Rio de Janeiro, Brasil: Guanabara Koogan.
- Kim, D. S., Park, S. H., Choi, G. W., Choi, K. K., & Kim, S. Y. (2011). Effect of EDTA treatment on the hybrid layer durability in total-etch dentin adhesives. *Dental Materials Journal*, 30(5), 717-22.

- Larmas, M., & Sándor, G. K. B. (2014). Enzymes, Dentinogenesis and Dental Caries: a Literature Review. *Journal of Oral & Maxillofacial Research*, 5(4), e3. <http://doi.org/10.5037/jomr.2014.5403>
- Liu, Y., Tjaderhane, L., Breschi, L., Mazzoni, A., Li, N., Mao, J., Pashley, D. H., & Tay, F. R. (2011). Limitations in Bonding to Dentin and Experimental Strategies to Prevent Bond Degradation. *Journal of Dental Research*, 90(8), 953–968. <http://doi.org/10.1177/0022034510391799>
- Loguercio, A., Luque-Martinez, I., Muñoz, M., Szesz, A., Cuadros-Sánchez, J., & Reis, A. (2014). A Comprehensive Laboratory Screening of Three-Step Etch-and-Rinse Adhesives. *Operative Dentistry*, 39(6), 652–662. <http://doi.org/10.2341/13-236>
- Lopes, G. C., Thys, D. G., Klaus, P., Oliveira, G. M., Widmer, N. (2007). Enamel acid etching: a review. *Compendium of Continuing Education in Dentistry*, 28(1), 18-24; quiz 25, 42.
- Luque-Martinez, I. V., Perdigão, J., Muñoz, M. A., Sezinando, A., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2014). Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dental Materials*, 30(10), 1126–1135. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.002>
- Marchesi, G., Frassetto, A., Visintini, E., Diolosa, M., Turco, G., Salgarello, S., Di Lenarda, R., Cadenaro, M., & Breschi, L. (2013). Influence of ageing on self-etch adhesives: One-step vs. two-step systems. *European Journal of Oral Sciences*, 121(1), 43–49. <http://doi.org/10.1111/eos.12009>
- Marshall, G. W. J., Marshall, S. J., Kinney, J. H., & Balooch, M. (1997). The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *Journal of Dentistry*, 25(6), 441–458. [http://doi.org/10.1016/S0300-5712\(96\)00065-6](http://doi.org/10.1016/S0300-5712(96)00065-6)
- McLean, D. E., Meyers, E. J., Guillory, V. L., & Vandewalle, K. S. (2015). Enamel Bond Strength of New Universal Adhesive Bonding Agents. *Operative Dentistry*, 40(4), 410–417. <http://doi.org/10.2341/13-287-L>
- Mena-Serrano, A., Kose, C., De Paula, E. A., Tay, L. Y., Reis, A., Loguercio, A. D., & Perdigão, J. (2013). A new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 25(1), 55–69. <http://doi.org/10.1111/jerd.12005>
- Mine, A., De Munck, J., Vivan Cardoso, M., Van Landuyt, K. L., Poitevin, A., Kuboki, T., Yoshida, Y., Suzuki, K., & Van Meerbeek, B. (2010). Enamel-smear

- compromises bonding by mild self-etch adhesives. *Journal of Dental Research*, 89(12), 1505-1509. <http://doi.org/10.1177/0022034510384871>
- Muñoz, M. A., Luque, I., Hass, V., Reis, A., Loguercio, A. D., & Bombarda, N. H. C. (2013). Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of Dentistry*, 41(5), 404–411. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.03.001>
- Muñoz, M. A., Luque-Martinez, I., Malaquias, P., Hass, V., Reis, A., Bombarda, N. H. C., & Loguercio, A. D. (2015). In Vitro Longevity of Bonding Properties of Universal Adhesives to Dentin. *Operative Dentistry*, 40(3), 282–292. <http://doi.org/10.2341/14-055-L>
- Muñoz, M. A., Sezinando, A., Luque-Martinez, I., Szesz, A. L., Reis, A., Loguercio, A. D., Bombarda, N. H., & Perdigão, J. (2014). Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *Journal of Dentistry*, 42(5), 595–602. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.01.013>
- Nanci, A. (2013). Enamel: composition, formation, and structure; Dentin-pulp complex. In A. Nanci, *Ten Cate's. Oral histology: development, structure, and function* (8th edition ed., pp. 122-204). St. Louis, Missouri: Elsevier Mosby.
- Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), 265–73
- Nakajima, M., Kunawarote, S., Prasansuttiporn, T., & Tagami, J. (2011). Bonding to caries-affected dentin. *Japanese Dental Science Review*, 47(2), 102–114. <http://doi.org/10.1016/j.jdsr.2011.03.002>
- Oliveira, S. S. A., Pugach, M. K., Hilton, J. F., Watanabe, L. G., Marshall, S. J., & Marshall, G. W. J. (2003). The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dental Materials*, 19(8), 758–767. [http://doi.org/10.1016/S0109-5641\(03\)00023-X](http://doi.org/10.1016/S0109-5641(03)00023-X)
- Park, S., Wang, D. H., Zhang, D., Romberg, E., & Arola, D. (2008). Mechanical properties of human enamel as a function of age and location in the tooth. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 19(6), 2317–2324. <http://doi.org/10.1007/s10856-007-3340-y>
- Pashley, D. H., Pashley, E. L., Carvalho, R. M., Tay, F. R. (2002). The Effects of Dentin Permeability on Restorative Dentistry. *Dental Clinics of North America*, 46(2), 211-45, v-vi.

- Pashley, D. H. (1984). Smear layer: physiological considerations. *Operative Dentistry Supplement*, 3, 13-29.
- 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. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Perdigão, J. (2002). Dentin bonding as a function of dentin structure. *Dental Clinics of North America*, 46(2), 277-301, vi.
- Perdigão, J. (2010). Dentin bonding-variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dental Materials*, 26(2), e24–e37. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.149>
- Perdigão, J., Jr Swift, E. J., & Walter, R. (2013a). Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. In H. O. Heymann, E. J. Jr Swift, & A. V. Ritter (Eds.), *Studivant's Art and Science of Perative Dentistry* (6th Editio, pp. 114–140). St. Louis, Missouri: Elsevier Mosby.
- Perdigão, J. (2007). New Developments in Dental Adhesion. *Dental Clinics of North America*, 51(2), 333–357. <http://doi.org/10.1016/j.cden.2007.01.001>
- Perdigao, J., & Tay, L. Y. (2014). A New Universal Simplified Adhesive : 18-Month Clinical Evaluation A New Universal Simplified Adhesive : 18-Month Clinical Evaluation. *Operative Dentistry*, 39(2), 113-27. <http://doi.org/10.2341/13-045-C>
- Perdigão, J., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2013b). Dentin Adhesion and MMPs: A Comprehensive Review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 25(4), 219–241. <http://doi.org/10.1111/jerd.12016>
- Pupo, Y. M., Farago, P. V., Nadal, J. M., Simão, L. C., Esmerino, L. A., Gomes, O. M. M., & Gomes, J. C. (2014). Effect of a novel quaternary ammonium methacrylate polymer (QAMP) on adhesion and antibacterial properties of dental adhesives. *International Journal of Molecular Sciences*, 15(5), 8998–9015. <http://doi.org/10.3390/ijms15058998>
- Ramos, J. C., Soares, A. D., Torres, S., Costa, A. L., Messias, A. L., & Vinagre, A. (2016). Adhesive interface and microtensile bond strength evaluation of four adhesive systems to primary dentin. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária E Cirurgia Maxilofacial*, 57(2), 65–73. <http://doi.org/10.1016/j.rpemd.2016.03.002>

- Rosa, W. L., Piva, E., & Silva, A. F. (2015). Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *Journal of Dentistry*, 43(7), 765–776. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.003>
- Saikaew, P., Chowdhury, A. F. M. A., Fukuyama, M., Kakuda, S., Carvalho, R. M., & Sano, H. (2016). The effect of dentine surface preparation and reduced application time of adhesive on bonding strength. *Journal of Dentistry*, 47, 63-70. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2016.02.001>
- Salvio, L. A., Di Hipólito, V., Martins, A. L., & de Goes, M. F. (2013). Hybridization quality and bond strength of adhesive systems according to interaction with dentin. *European Journal of Dentistry*, 7(3), 315–326. <http://doi.org/10.4103/1305-7456.115416>
- Sarr, M., Kane, A. W., Vreven, J., Mine, A., Van Landuyt, K. L., Peumans, M., Lambrechts, P., Van Meerbeek, B., & De Munck, J. (2010). Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Operative Dentistry*, 35(1), 94–104. <http://doi.org/10.2341/09-076-L>
- Scherrer, S. S., Cesar, P. F., & Swain, M. V. (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dental Materials*, 26(2), e78–e93. <http://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. <http://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Sezinando, A., Luque-Martinez, I., Muñoz, M. A., Reis, A., Loguercio, A. D., & Perdigão, J. (2015). Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives. *Dental Materials*, 31(10), e236–e246. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2015.07.002>
- Sezinando, A., Perdigão, J., & Regalheiro, R. (2012). Dentin bond strengths of four adhesion strategies after thermal fatigue and 6-month water storage. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 24(5), 345–355. <http://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2012.00531.x>
- Shibata, S., Vieira, L. C. C., Baratieri, L. N., Fu, J., Hoshika, S., Matsuda, Y., & Sano, H. (2016). Evaluation of microtensile bond strength of self-etching adhesives on normal and caries-affected dentin. *Dental Materials Journal*, 35(2), 166-173. <http://doi.org/10.4012/dmj.2014-330>

- Shinohara, M. S., De Goes, M. F., Schneider, L. F. J., Ferracane, J. L., Pereira, P. N. R., Di Hipólito, V., & Nikaido, T. (2009). Fluoride-containing adhesive: Durability on dentin bonding. *Dental Materials*, 25(11), 1383–1391. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2009.06.011>
- Sirisha, K., Rambabu, T., Shankar, Y. R., & Ravikumar, P. (2014a). Validity of bond strength tests: A critical review: Part I. *Journal of Conservative Dentistry*, 17(4), 305–311. <http://doi.org/10.4103/0972-0707.136340>
- Sirisha, K., Rambabu, T., Shankar, Y. R., & Ravikumar, P. (2014b). Validity of bond strength tests: A critical review- Part II. *Journal of Conservative Dentistry*, 17(5), 420–426. <http://doi.org/10.4103/0972-0707.139823>
- Smith, A. J., Cassidy, N., Perry, H., Begue-Kirn, C., Ruch, J., & Lesot, H. (1995). Reactionary Dentinogenesis. *The International Journal of Developmental Biology*, 39(1), 273-280.
- Strobel, S., & Hellwig, E. (2015). The effects of matrix-metallo-proteinases and chlorhexidine on the adhesive bond. *Swiss Dental Journal*, 125(2), 134–145. Retrieved from <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/25734960>
- Takamizawa, T., Barkmeier, W., Tsujimoto, A., Scheidel, D., Erickson, R., Latta, M., & Miyazaki, M. (2015). Effect of Phosphoric Acid Pre-etching on Fatigue Limits of Self-etching Adhesives. *Operative Dentistry*, 40(4), 379-395. <http://doi.org/10.2341/13-252-L>
- Tanaka, O., Camargo, E., Cerci, B., Guariza-Filho, O., & Roman, L. (2012). Dental enamel roughness with different acid etching times: Atomic force microscopy study. *European Journal of General Dentistry*, 1(3), 187. <http://doi.org/10.4103/2278-9626.105385>
- Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2004). Resin Bonding to Cervical Sclerotic Dentin: a review. *Journal of Dentistry*, 32(3), 173-196. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2003.10.009>
- Ting, S., Chowdhury, A. A., Pan, F., Fu, J., Sun, J., Kakuda, S., Hoshika, S., Matsuda, Y., Ikeda, T., Nakaoki, Y., Abe, S., Yoshida, Y., & Sano, H. (2015). Effect of remaining dentin thickness on microtensile bond strength of current adhesive systems. *Dental Materials Journal*, 34(2), 181–188. <http://doi.org/10.4012/dmj.2014-130>

- Tjäderhane L., Nascimento, F. D., Breschi, L., Mazzoni, A., Tersariol, I. L., Geraldeli, S., Tezvergil-Mutluay, A., Carrilho, M. R., Carvalho, R. M., Tay, F. R., & Pashley, D. H. (2013). Optimizing dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dental Materials*, 29(1), 116-35.
- Unemori, M., Matsuya, Y., Akashi, A., Goto, Y., & Akamine, A. (2004). Self-etching adhesives and postoperative sensitivity. *American Journal of Dentistry*, 17(3), 191-195.
- Van Landuyt, K., De Munck, J., Coutinho, E., Peumans, M., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2005). Bonding to dentin: Smear layer and the process of hybridization. In Eliades, G., Watts, D. C., & Eliades, T., *Dental Hard Tissues and Bonding: Interfacial Phenomena and Related Properties*, (pp. 89-122). Heidelberg, Germany: Springer-Verlag. http://doi.org/10.1007/3-540-28559-8_5
- Van Landuyt, K., Snauwaert, J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., et al (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials*, 28 (26), 3757-85. <http://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.04.044>
- Van Landuyt, K. L., Mine, A., De Munck, J., Jaecques, S., Peumans, M., Lambrechts, P., & Van Mmeerbeek, B. (2009). Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *Journal of Adhesive Dentistry*, 11(3), 175-90.
- Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Lambrechts, P., Vanherle, G., Duke, E. S., Eick, J. D., & Robinson, S. J. (1998). A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *Journal of Dental Research*, 77(1), 50–59. <http://doi.org/10.1177/00220345980770010501>
- 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. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023>
- Van Meerbeek, B., De Munck, J., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Vijay, P., Van Landuyt, K., Lambrechts, P., & Vanherle, G. (2003). Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative Dentistry*, 28(3), 215–235.

- Van Meerbeek, B., Peumans, M., Poitevin, A., Mine, A., Van Ende, A., Neves, A., & De Munck, J. (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental Materials*, 26(2), e100–e121. <http://doi.org/10.1016/j.dental.2009.11.148>
- 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. <http://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.04.012>
- Walter, R., Swift, E. J., Boushell, L. W., & Braswell, K. (2011). Enamel and dentin bond strengths of a new self-etch adhesive system. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 23(6), 390–396. <http://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2011.00465.x>
- Wang, Y., Spencer, P., & Walker, M. P. (2007). Chemical profile of adhesive/caries affected dentin interfaces using Raman microspectroscopy (2007). *Journal of Biomedical Materials Research Part A*, 81(2), 279-286. <http://doi.org/10.1002/jbm.a.30981>
- Yiu, C. K., Hiraishi, N., King, N. M., & Tay, F. R. (2008). Effect of dentinal surface preparation on bond strength of self-etching adhesives. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 10(3), 173-182.

VIII. ANEXOS

Anexo 1 – Resultados obtidos após aplicação da ANOVA *two-way*.

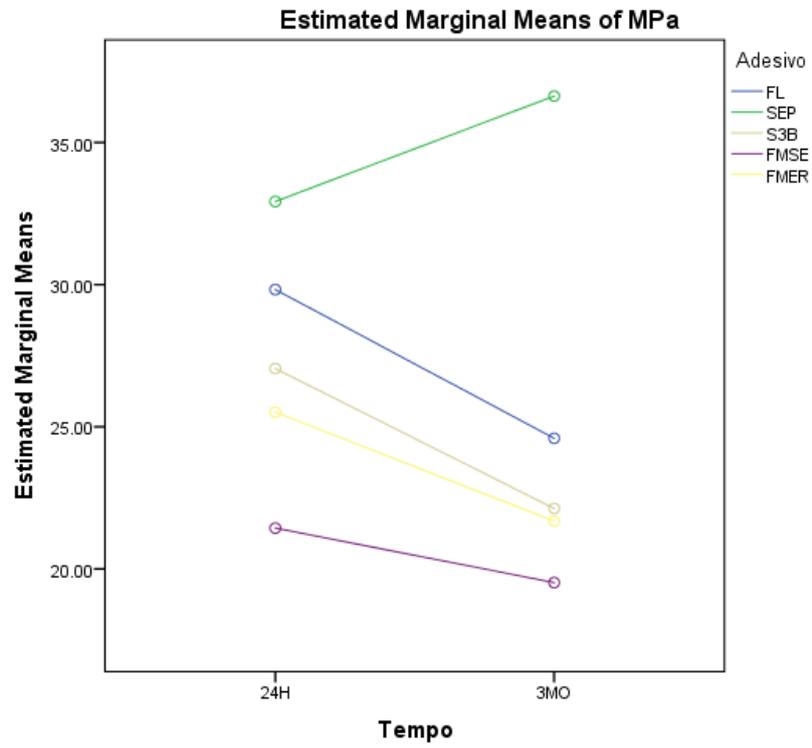
Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable: MPa

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	21669.789 ^a	9	2407.754	29.368	.000
Intercept	545054.757	1	545054.757	6648.243	.000
Adesivo	18484.287	4	4621.072	56.365	.000
Tempo	1187.728	1	1187.728	14.487	.000
Adesivo * Tempo	2153.440	4	538.360	6.567	.000
Error	64685.993	789	81.985		
Total	631984.520	799			
Corrected Total	86355.781	798			

a. R Squared = .251 (Adjusted R Squared = .242)

Anexo 2 - Gráfico ilustrativo da resistência adesiva, por tipo de adesivo e em momentos diferentes.



Anexo 3 - Aprovação da Comissão de Ética da Egas Moniz para a realização deste estudo *in vitro*.

Comissão de Ética



Proc. Interno nº 467

Ex.ma Senhora
Carolina Beatriz Dias

Monte de Caparica, 17 de fevereiro de 2016.

Ex.ma Senhora,

Venho comunicar-lhe que o Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado "*Estudo in vitro da resistência adesiva à dentina por microtração de sistemas adesivos self-etch e universais*", foi aprovado por unanimidade.

Com os melhores cumprimentos,

A Presidente da Comissão de Ética da Egas Moniz


Prof.ª Doutora Maria Fernanda de Mesquita

Anexo 4 - Documento que confirma a cedência dos dentes do Banco de Dentes Humanos da Clínica Dentária Universitária Egas Moniz para a realização deste estudo *in vitro*.



EGAS MONIZ

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_00

IDENTIFICAÇÃO DO ESTUDANTE: Carolina Beatriz Gomes Simões Rodrigues Dias

TÍTULO DO TRABALHO: “Estudo *in vitro* da resistência adesiva à dentina, por microtração, de sistemas adesivos self-etch e universais”

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

A aluna Carolina Beatriz Gomes Simões Rodrigues Dias pode utilizar dentes molares e pré-molares hígidos do Banco de Dentes Humanos (BDH) da Clínica Dentária Universitária Egas Moniz (CDUEM).

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

Atenciosamente, com os melhores cumprimentos

Monte da Caparica,

27 de Janeiro de 2016

Direção Clínica

Anexo 5 - Consentimento informado para exodontia dos dentes.



CONSENTIMENTO INFORMADO PARA EXODONTIA

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

_____, de _____ de _____

Assinatura do doente, _____

Assinatura do responsável pela recolha, _____