

Universidade de Lisboa  
Faculdade de Medicina Dentária



**Efeito do condicionamento ácido da dentina nas forças de adesão de um sistema adesivo Universal vs um Self-etching**

**Catarina Isabel Pereira Santos**

Dissertação  
Mestrado Integrado em Medicina Dentária

2014



Universidade de Lisboa  
Faculdade de Medicina Dentária



**Efeito do condicionamento ácido da dentina nas forças de adesão de um sistema adesivo Universal vs um Self-etching**

**Catarina Isabel Pereira Santos**

Dissertação, orientada pelo Professor Doutor Alexandre Cavalheiro  
e co-orientada pelo Dr. Bernardo Romão de Sousa  
Mestrado Integrado em Medicina Dentária

2014



## **Agradecimentos**

Ao meu orientador, Professor Doutor Alexandre Cavalheiro, por toda a disponibilidade e motivação dada, e pela realização da análise estatística.

A todas as alunas de Metodologias de Ensino do Departamento de Dentisteria que me ajudaram no trabalho laboratorial.

Às minhas colegas de tese por toda a ajuda e apoio moral oferecido para o desenvolvimento desta tese.

À Catarina, que me fez começar a tese nas horas vagas de Erasmus.

Aos meus amigos, por manterem a minha sanidade mental dentro e fora da Universidade, e por me lembrarem que há vida para além disto.

À minha família, por serem a minha base e refúgio.



# Índice

Índice de tabelas .....	i
Índice de gráficos .....	i
Índice de figuras .....	ii
Índice de anexos .....	ii
Resumo .....	iii
Abstract .....	iv
Glossário de abreviaturas .....	v
1. Introdução .....	1
1.1. Adesão dentária .....	1
1.2. Classificação dos adesivos .....	1
1.2.1. Adesivos <i>etch&amp;rinse</i> .....	2
1.2.2. Adesivos <i>self-etch</i> .....	4
1.2.3. Adesivos universais .....	6
1.3. Objetivos e hipótese nula .....	7
2. Materiais e Métodos .....	8
2.1. Tipo de estudo .....	8
2.2. Desenho do estudo .....	8
2.3. Preparação dos dentes .....	8
2.4. Distribuição e tratamento dos segmentos de coroa .....	9
2.5. Preparação dos espécimes para o teste de $\mu$ TBS .....	12
2.6. Testes de $\mu$ TBS .....	13
2.7. Análise estatística .....	14
3. Resultados .....	15
4. Discussão .....	19
5. Conclusão .....	25
6. Referências bibliográficas .....	I
7. Anexos .....	VII

## Índice de tabelas

Tabela 1 – Lote, validade, fabricante e composição dos materiais utilizados .....	11
Tabela 2 – Caracterização dos palitos obtidos, por grupo e por dente de cada grupo .....	15
Tabela 3 – Valores do teste de $\mu$ TBS (MPa) .....	15
Tabela 4 – Testes de normalidade de Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk (MPa)	16
Tabela 5 – Teste de Levene para igualdade de variâncias e teste-t para igualdade de médias .....	17
Tabela 6 – Caracterização por tipo de falha em frequência e percentagem entre parênteses .....	17
Tabela 7 – Valores médios de $\mu$ TBS e desvio padrão obtidos em diversos estudos, comparativamente aos resultados obtidos no presente estudo (MPa) .....	21

## Índice de gráficos

Gráfico 1 – Valores do teste de $\mu$ TBS (MPa) .....	16
Gráfico 2 – Distribuição do tipo de falha por grupo em percentagem .....	18



## Índice de figuras

Figura 1 – Classificação dos adesivos contemporâneos pela estratégia e número de passos clínicos de aplicação .....	2
Figura 2 – Corte 1-2 mm abaixo da junção amelocementária .....	9
Figura 3 – Corte a 1-2 mm dos cornos pulparens .....	9
Figura 4 – Primeiro corte para obtenção dos palitos .....	12
Figura 5 – Segundo corte para obtenção dos palitos .....	12
Figura 6 – Palitos guardados em água destilada até teste $\mu$ TBS .....	13
Figura 7 – <i>Jig</i> de Geraldelli com um palito montado na máquina universal .....	13

## Índice de anexos

7.1. Imagens do processo laboratorial .....	VII
7.2. Materiais .....	IX
7.3. Instruções do fabricante SBU .....	X
7.4. Instruções do fabricante CSE .....	XII

## Resumo

**Introdução:** Os sistemas adesivos clássicos podem ser classificados como *etch&rinse* e *self-etch*. Os adesivos *etch&rinse* necessitam de condicionamento ácido antes da aplicação do *primer* e adesivo, enquanto que os sistemas *self-etch* contêm monómeros acídicos que funcionam simultaneamente como condicionadores e *primer*. Estes monómeros acídicos têm alguma capacidade de se ligar quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite. Recentemente foram lançados no mercado adesivos universais, cujos fabricantes afirmam que podem ser utilizados nos modos *etch&rinse* e *self-etch* sem prejuízo nas capacidades de adesão. Estes adesivos também contêm monómeros com capacidade de efetuar ligação química com a hidroxiapatite.

**Objetivo:** Avaliar o efeito do condicionamento ácido da dentina nas forças de adesão de um sistema adesivo universal *versus* um *self-etch*, através da realização de testes de microtração ( $\mu$ TBS).

**Materiais e métodos:** Seis dentes terceiro molares sem evidência de cárie foram divididos em dois grupos para testar a  $\mu$ TBS, de acordo com o sistema adesivo a ser testado: Scotchbond Universal Bond (SBU TE) e Clearfil SE (CF TE) ambos com condicionamento ácido prévio da dentina. Os dentes foram restaurados em compósito, guardados em água (37°C/24h) e depois cortados em palitos de cerca de 1 mm<sup>2</sup> de secção. Os palitos foram tracionados a 1 mm/min com uma célula de carga de 1 kN. A análise estatística foi feita através de métodos descritivos e de inferência.

**Resultados:** Os valores médios obtidos foram significativamente mais elevados para o grupo SBU TE do que para o grupo CF TE.

**Conclusões:** Dentro das limitações deste estudo, os resultados indicam que, quando utilizados com condicionamento ácido prévio da dentina, o Scotchbond Universal Bond estará mais indicado em situações clínicas em que se tenha de optar por um protocolo *etch&rinse*.

**Palavras-chave:** adesivo *self-etch*; adesivo universal; condicionamento ácido; 10-MDP;  $\mu$ TBS

## Abstract

**Introduction:** Classic adhesive systems can be classified as etch&rinse and self-etch. Etch&rinse adhesives need acid conditioning before primer and bond application, while self-etch adhesives have acidic monomers that simultaneously etch and prime. These acid monomers have some ability to chemically bind to hidroxiapatite's calcium. Universal adhesive systems have been released in market recently, with their manufacturers claiming that they can be used with etch&rinse and self-etch strategies without prejudice on bonding ability. These adhesives also have monomers that can chemically bind to hidroxiapatite.

**Objective:** Evaluate the effect of dentin's acid conditioning on the bond strength of a universal adhesive system *versus* a self-etch, through microtensile bond strength test ( $\mu$ TBS).

**Materials and methods:** Six third molars with no evidence of caries were divided in two groups to test  $\mu$ TBS, according to adhesive system: Scotchbond Universal Bond (SBU TE) and Clearfil SE (CF TE), both with previous acid conditioning of dentin. The teeth were restored with composite, stored in water (37°C/24h), and cut in sticks with a section of about 1 mm<sup>2</sup>. Sticks were tested at the cross-head speed of 1 mm/min with a load of 1 kN. Statistical analysis was done through descriptive and inference methods.

**Results:** Mean  $\mu$ TBS was significantly higher for the SBU TE group than for the CF TE group.

**Conclusion:** Within this study's limitations, results show that, when used with acid conditioning of dentin, Scotchbond Universal Bond is more indicated for clinical situations when an etch&rinse protocol has to be used.

**Key-words:** self-etch adhesive; universal adhesive; acid conditioning; 10-MDP;  $\mu$ TBS.

## **Glossário de abreviaturas**

**μTBS** – Força de microtração (*microtensile bond strength*)

**10-MDP** – 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato

**4-MET** – ácido 4-metacrilóxietyl trimelítico

**CSE** – Clearfil SE

**Phenyl-P** – 2-metacrilóxietyl fenil hidrogénio fosfato

**SBU** – Scotchbond Universal Bond

# 1. Introdução

## 1.1. Adesão dentária

Em Medicina Dentária, a adesão permite-nos utilizar restaurações adesivas que necessitam apenas da remoção do esmalte e dentina cariados, basicamente envolvendo um bom acesso à lesão de forma a removê-la completamente e a produzir uma boa superfície adesiva (Cardoso et al., 2008). A este conceito podemos chamar Dentisteria “Minimamente Invasiva” (DeGrange e Roulet, 1997). Portanto, o primeiro objetivo dos adesivos dentários é proporcionar retenção a restaurações em compósito, além de suportar a contração de polimerização do compósito e prevenir infiltração marginal da restauração (Van Landuyt et al., 2007).

No dente, o mecanismo de adesão envolve a substituição de minerais removidos dos tecidos duros por monómeros de resina (Nakabayashi et al., 1982). Este processo consiste em duas fases. A primeira é a remoção de fosfato de cálcio e consequente criação de microporosidades nas superfícies de esmalte e dentina. A outra fase, chamada de hibridização, envolve infiltração e subsequente polimerização *in situ* da resina nas microporosidades superficiais criadas, resultando num entrecruzar micromecânico primariamente baseado em mecanismos de difusão (Van Meerbeek et al., 2003).

Por outro lado, a capacidade de adesão às restaurações em compósito depende de um processo de co-polimerização de ligações duplas residuais de metacrilato presentes na camada de inibição por oxigénio (Van Meerbeek et al., 1998; Van Landuyt et al., 2007).

## 1.2. Classificação dos adesivos

Os adesivos modernos podem ser classificados como: *etch&rinse* e *self-etch*, também conhecidos como *etch&dry*. Os sistemas *etch&rinse* podem ser utilizados em protocolos de três ou de dois passos, e os sistemas *self-etch* em protocolos de dois ou de um passo (Van Meerbeek et al., 2003).

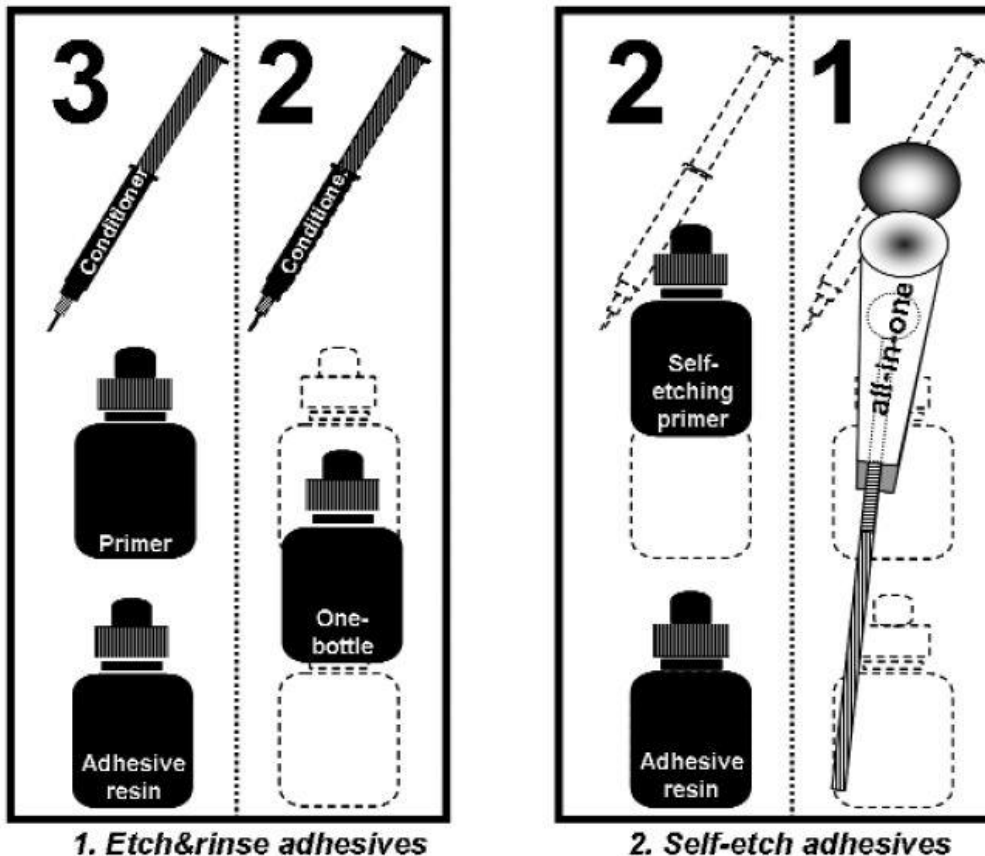


Figura 1 – Classificação dos adesivos contemporâneos pela estratégia e número de passos clínicos de aplicação (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

### 1.2.1. Adesivos *etch&rinse*

O conceito de *total-etch* dos sistemas *etch&rinse* implica o condicionamento ácido simultâneo do esmalte e da dentina (Fusayama, 1980). Estes sistemas adesivos são, então, iniciados com o condicionamento ácido, lavagem com água, seguidos pela aplicação do *primer* e do adesivo, separadamente, nos sistemas três-passos, ou numa única solução nos sistemas dois-passos (Van Meerbeek *et al.*, 2010; Muñoz *et al.*, 2013).

Buonocore (1955) foi o primeiro a demonstrar que o condicionamento ácido aumenta a força de adesão no esmalte. O condicionamento ácido do esmalte produz micro-retenções no substrato rico em hidroxiapatite (Van Meerbeek *et al.*, 2010), aumentando a área e energia de superfície (Muñoz *et al.*, 2013), fornecendo desta forma a melhor adesão possível ao esmalte. Permite selar efetivamente as margens da restauração no longo termo, e proteger a adesão à dentina, mais vulnerável, contra a degradação (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Na dentina o condicionamento ácido provoca desmineralização completa até alguns micrómetros superficiais na dentina intertubular, expondo a matriz de fibras de colagénio subjacente que é quase totalmente privada de hidroxiapatite (Pashley *et al.*, 2011). Como tal, o mecanismo principal de adesão à dentina destes adesivos é baseado na difusão e depende da hibridização ou infiltração, tão completa quanto possível, da resina nos túbulos dentinários abertos e na matriz de colagénio exposta, formando a camada híbrida (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2010).

O passo mais crítico é a aplicação do *primer*. Nos adesivos que utilizam acetona como solvente é obrigatório seguir a técnica altamente sensível de “*wet bonding*” (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Manter a dentina húmida é uma tarefa clinicamente difícil, pois depende dos solventes usados no adesivo e na interpretação do clínico das instruções do fabricante (Muñoz *et al.*, 2013). Pensa-se que a água deixada na superfície da dentina mantém a matriz de colagénio flexível e permeável à infiltração subsequente dos monómeros. Esta técnica garante uma difusão eficiente da resina se toda a água for eliminada e substituída por monómeros de resina durante a aplicação do *primer*. Caso contrário, a polimerização da resina na camada híbrida pode ser afetada ou, pelo menos, a água remanescente vai competir com a resina na dentina desmineralizada (Yoshida e Inoue, 2012).

Nos adesivos que utilizam água ou etanol como solvente pode ser seguida a técnica de “*dry bonding*”, em que se seca ligeiramente a dentina condicionada com um jacto de ar (Van Meerbeek *et al.*, 2003). A secagem da dentina com ar leva a que a matriz de colagénio fique sem suporte e por isso colapse, evitando que os monómeros do *primer* e adesivo infiltrem bem a superfície condicionada (Yoshida e Inoue, 2012), o que se traduz numa redução da força de adesão (Muñoz *et al.*, 2013).

A completa infiltração da matriz de colagénio pela resina é impraticável, pelo que pode ficar uma área de dentina desmineralizada exposta na interface adesiva. Consequentemente, pode ocorrer sensibilidade pós-operatória e degradação da interface (Mena-Serrano *et al.*, 2013).

Os adesivos *etch&rinse* de três passos demonstraram serem clinicamente fiáveis e com previsível boa performance. A eficácia clínica dos adesivos *etch&rinse* de dois passos foi menos favorável (Peumans *et al.*, 2005).

### 1.2.2. Adesivos *self-etch*

Os adesivos *self-etch* não necessitam de um passo de condicionamento ácido separado, pois contêm monómeros acídicos que funcionam simultaneamente como condicionador e *primer* na dentina. Estes monómeros desmineralizam parcialmente a *smear layer* da superfície dentinária subjacente sem remover a porção dissolvida e sem abrir os túbulos dentinários (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Yoshida *et al.*, 2004). O dente não é lavado com água depois da aplicação do monómero acídico, o que diminui o tempo de aplicação e reduz a sensibilidade técnica (Yoshida *et al.*, 2004).

Estes adesivos podem ter protocolos de dois ou de um passo, dependendo se o *self-etching primer* e o adesivo são apresentados separadamente ou juntos numa única solução (Van Meerbeek *et al.*, 2011).

A vantagem destes adesivos é que a desmineralização do dente e a infiltração da resina ocorrem simultaneamente, pelo que o risco de discrepâncias entre os dois processos é baixo ou inexistente e a penetração do adesivo é, teoricamente, completa (Carvalho *et al.*, 2005). Com o aumentar da profundidade, os monómeros vão sendo neutralizados pelo conteúdo mineral do substrato, perdendo a sua capacidade de condicionar a dentina (Chan *et al.*, 2003; Salz *et al.*, 2006).

As características morfológicas da interface adesiva dependem da maneira como os monómeros acídicos interagem com o substrato dentário. A profundidade da interação depende em parte do pH de cada solução de *self-etch* (Van Meerbeek *et al.*, 2011).

De acordo com o seu pH, os adesivos *self-etch* podem ser classificados como “*strong*” (pH<1), “*intermediately strong*” (pH entre 1 e 2), “*mild*” (pH ≈ 2) e “*ultra-mild*” (pH > 2,5) (Van Meerbeek *et al.*, 2011).

Adesivos “*strong*” *self-etch* têm um pH igual ou inferior a 1. Esta elevada acidez resulta numa desmineralização algo profunda. No esmalte, os padrões de desmineralização assemelham-se aos produzidos pelo condicionamento com ácido fosfórico na técnica *etch&rinse*. Na dentina, o colagénio é exposto e quase toda a hidroxiapatite é dissolvida. Consequentemente, o mecanismo de adesão dos adesivos “*strong*” *self-etch* é primariamente baseado na difusão, o que é semelhante à abordagem *etch&rinse*. Estes adesivos têm sido documentados com valores de forças de adesão reduzidos, especialmente na dentina. Além da elevada acidez que aparenta diminuir drasticamente a performance do adesivo, outra preocupação é o efeito da água



residual que fica na interface adesiva. (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Além do mais, o fosfato de cálcio dissolvido, que fica encapsulado na resina, é bastante solúvel (Inoue *et al.*, 2000).

Os sistemas “*mild*” *self-etch* têm no geral um pH de aproximadamente 2 e desmineralizam a dentina apenas numa profundidade de 1µm. Esta desmineralização superficial é parcial, mantendo hidroxiapatite residual aderida ao colagénio. Ainda assim, são criadas suficientes porosidade superficiais para obter entrecruzar micromecânico através de hibridização. A espessura da camada híbrida é muito menor do que a produzida por adesivos “*strong*” *self-etch* e adesivos *etch&rinse*, mas foi provado que este facto tem pouca importância para a efetividade de adesão, pois o monómero funcional 10-MDP tem um potencial de adesão química ao cálcio da hidroxiapatite residual. (Van Meerbeek *et al.*, 2003)

Nos adesivos *self-etch* podemos encontrar alguma interação química providenciada por monómeros funcionais específicos como 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato (10-MDP), ácido 4-metacrilóxiethyl trimelítico (4-MET) e 2-metacrilóxiethyl fenil hidrogénio fosfato (*Phenyl-P*) (Yoshida *et al.*, 2004).

A maneira como as moléculas interagem com tecidos baseados em hidroxiapatite pode ser descrita pelo Conceito de Adesão-Descalcificação (*AD-concept*) (Yoshida *et al.*, 2001; Yoshioka *et al.*, 2002). Este modelo explica que inicialmente todos os ácidos se unem ionicamente ao cálcio da hidroxiapatite, com libertação de iões fosfato e hidróxido. A molécula fica ou não aderida dependendo da estabilidade da ligação formada com o cálcio. O 10-MDP apenas interage superficialmente com o esmalte e a dentina, dissolvendo pouco os cristais de apatite e mantendo-os dentro da camada híbrida. Pelo contrário, o *Phenyl-P* inicialmente liga-se ao cálcio da hidroxiapatite, mas rapidamente perde esta ligação, resultando em descalcificação (Yoshida e Inoue, 2012). A adesão química promovida pelo 10-MDP é mais eficaz e mais estável em água do que a proporcionada por 4-MET e *Phenyl-P*, nesta ordem (Yoshida *et al.*, 2004).

Uma desvantagem clara dos sistemas *self-etch* é a redução da efetividade da adesão ao esmalte. O aumento da área de superfície em esmalte, preparado ou não, obtido com adesivos *self-etch* é menor do que o obtido com ácido fosfórico e depende do seu pH (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley e Tay, 2001). Também não condicionam o esmalte na mesma profundidade o que resulta em forças de adesão mais baixas e

ocorrência frequente de discrepâncias marginais em estudos clínicos (Perdigão *et al.*, 2005; Peumans *et al.*, 2010).

Para ultrapassar esta limitação, tem sido recomendado o condicionamento seletivo das margens de esmalte com ácido fosfórico antes da aplicação dos adesivos *self-etch*, especialmente no caso dos “*mild*” *self-etch* (Peumans *et al.*, 2010). No entanto, para alguns adesivos esta técnica resulta na diminuição das forças de adesão na dentina em comparação com a aplicação *self-etch* (Torii *et al.*, 2002; Van Landuyt *et al.*, 2006b).

Clinicamente é difícil aplicar ácido fosfórico no esmalte sem fluir para a dentina, especialmente se forem utilizados condicionadores em gel de baixa viscosidade ou líquidos (Mena-Serrano *et al.*, 2013; Muñoz *et al.*, 2013).

Os adesivos *self-etch* de dois passos demonstraram serem clinicamente fiáveis e com previsível boa performance. Os adesivos *self-etch* de um passo demonstraram ter uma performance clínica ineficaz. (Peumans *et al.*, 2005)

### 1.2.3. Adesivos universais

Recentemente, os fabricantes lançaram no mercado adesivos universais ou “*multi-mode*”, alegando que uma única solução pode ser utilizada nas estratégias *etch&rinse* e *self-etch* (Hanabusa *et al.*, 2012; Perdigão *et al.*, 2012), sem compromisso da efetividade de adesão, podendo substituir os adesivos simplificados existentes. Deste modo, estes adesivos são mais versáteis e podem ser adaptados à situação clínica, como, por exemplo, a restauração de cavidades proximais pequenas em que o condicionamento seletivo do esmalte se torna difícil (Muñoz *et al.*, 2013).

Os adesivos universais também têm na sua composição 10-MDP que, como já foi referido anteriormente, confere uma ligação química ao cálcio da hidroxiapatite (Yoshida e Inoue, 2012).

Sendo estes materiais e o conceito por detrás da sua utilização novidades, apenas existem estudos publicados sobre força de adesão e ultramorfologia imediatos (Hanabusa *et al.*, 2012; Perdigão *et al.*, 2012).

### 1.3. Objetivos e Hipótese Nula

O objetivo deste estudo é avaliar o efeito do condicionamento ácido da dentina nas forças de adesão de um sistema adesivo universal *versus* um *self-etch*, através da realização de testes de microtração ( $\mu$ TBS).

As hipóteses testadas foram:

- H0 = Não há diferenças entre os valores forças de adesão obtidos para um sistema adesivo *self-etch* com condicionamento prévio na dentina e para um sistema universal aplicado nas mesmas condições;
- H1 = Há diferenças entre os valores obtidos para cada grupo.

## 2. Materiais e Métodos

Imagens do processo e materiais nos Anexos 7.1 e 7.2.

### 2.1. Tipo de estudo

Este foi um estudo experimental *in vitro* com o objetivo de avaliar, através de testes de microtração, as forças de adesão na dentina de dois adesivos: 1) universal em modo *etch&rinse*; 2) *self-etch*, ambos com condicionamento ácido prévio.

### 2.2. Desenho do estudo

Foi usada neste estudo uma amostra conveniente de seis terceiros molares recentemente extraídos, intactos e sem evidência macroscópica de cárie ou restaurações. Os dentes foram distribuídos aleatoriamente em dois grupos (n=3). Num grupo, o adesivo Scotchbond Universal Bond (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foi aplicado na dentina como adesivo *etch&rinse* de dois passos de acordo com as instruções do fabricante (SBU TE). No outro grupo, os dentes foram condicionados com ácido antes da aplicação do adesivo Clearfil SE (Kuraray, Okayama, Japão) na dentina (CF TE).

Antes da sua preparação, os dentes foram aleatoriamente selecionados de um grupo de dentes, que foram inicialmente armazenados numa solução de cloramina T a 0,5% (Sigma Chemical Co., St Louis, MO, EUA) a 4°C durante uma semana, e depois em água destilada a 4°C durante três meses, no máximo, de acordo com o *standart* ISO TR 11405 (2003).

### 2.3. Preparação dos dentes

Em cada dente foi obtida a coroa, expondo a dentina intermédia, com dois cortes, a milímetros de distância e paralelos à superfície oclusal, com um disco de diamante a baixa rotação (Diamond Wafering Blade -10,2cm\*0,3mm- Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA) num micrótomo de tecidos duros (Isomet<sup>TM</sup> 1000, Buehler Ltd. Ltd., Lake Buff, IL, EUA) sob refrigeração com água destilada, da seguinte forma:

1. O dente foi colado a um suporte acrílico com cera colante, perpendicularmente ao longo eixo do dente;

2. O primeiro corte foi feito paralelo à superfície oclusal, 1-2 mm abaixo da junção amelocementária, para remover as raízes;
3. Os tecidos pulpaes foram removidos da câmara pulpar com uma cureta de dentina e preenchida com cola de



Figura 2 – Corte 1-2 mm abaixo da junção amelocementária

cianoacrilato (737 Black Magic Toughened adhesive, Permabond, Hampshire, UK). Os segmentos de coroa foram colados com cola de cianoacrilato a suportes de acrílico, pela superfície pulpar;



Figura 3 – Corte a 1-2 mm dos cornos pulpaes

4. O segundo corte foi feito paralelo ao primeiro, a 1-2 mm dos cornos pulpaes;

5. Com o objetivo de criar uma *smear layer* uniforme, semelhante à obtida em situações clínicas, a superfície dentinária foi polida com um disco de papel abrasivo de carbureto de silício (SiC) de grão 600 (Ultra-Prep, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL,

EUA) numa máquina polidora (Ecomet 3, Buehler Ltd., Lake Buff, IL, EUA) durante 60 segundos sob refrigeração com água (Pashley *et al.*, 1988).

#### 2.4. Distribuição e tratamento dos segmentos de coroa

Os segmentos de coroa foram mantidos em água destilada até ao momento do tratamento. Os seis segmentos de coroa foram distribuídos aleatoriamente a um dos grupos de adesivos. A ordem pela qual os segmentos de coroa foram tratados foi aleatória, para evitar possíveis viés devido a uma sequência específica de tratamento. Todos os tratamentos foram realizados pelo mesmo operador do seguinte modo:

Grupo A: Scotchbond Universal segundo instruções do fabricante – técnica *etch&rinse* (SBU TE):

1. A superfície oclusal foi ligeiramente seca, mas mantida húmida com a utilização de uma bola de algodão húmida;
2. Aplicação de um gel de condicionamento com 32% de ácido fosfórico, (Scotchbond Universal Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), sobre a superfície oclusal deixando atuar durante 15 segundos. Em seguida, foi bem lavado com água, e secado, mantendo a superfície húmida com a utilização de uma bola de algodão húmida;
3. Utilizando o aplicador descartável, o adesivo foi aplicado em todo o substrato dentário e pressionado (massajado) durante aproximadamente 20 segundos;
4. Em seguida, foi aplicado um jacto de ar leve sobre o líquido, até que este deixasse de evidenciar movimento e o solvente se tivesse evaporado completamente. Começando a uma distância de cerca de 10 cm e a baixa pressão, foi-se aumentando a pressão à medida que se diminuía a distância até perto de 1-2 mm da superfície;
5. O adesivo foi polimerizado durante 10 segundos a uma distância de 1-2 mm da superfície, com um fotopolimerizador Elipar S10 (3M ESPE Seefeld, Alemanha).

Grupo B: Clearfil SE variação às instruções do fabricante com introdução de condicionamento ácido total (CL TE):

1. A superfície oclusal foi ligeiramente seca, mas mantida húmida com a utilização de uma bola de algodão húmida;
2. Aplicação de um gel de condicionamento com 32% de ácido fosfórico, sobre a superfície oclusal deixando atuar durante 15 segundos. Em seguida, foi bem lavado com água, e secado, mantendo a superfície húmida com a utilização de uma bola de algodão húmida;
3. O *primer* foi aplicado em toda a superfície com um aplicador descartável, aguardando 20 segundos;
4. Após o condicionamento do dente com o *primer*, os ingredientes voláteis foram evaporados com um jacto de ar leve e isento de óleo. Começando

a uma distância de cerca de 10 cm e a baixa pressão, foi-se aumentando a pressão à medida que se diminuía a distância até perto de 1-2 mm da superfície;

5. O adesivo foi aplicado em toda a cavidade com um aplicador descartável. Deixou-se uma camada fina e uniforme de adesivo, removendo o excesso com o mesmo aplicador e usando um jacto de ar suave;
6. O adesivo foi fotopolimerizado durante 10 segundos a uma distância de 1-2 mm da superfície.

Foram realizadas restaurações em resina composta utilizando ENAMEL plus HRi, cor UD4 (Micerium S.p.A. Avegno (GE) Itália), em três incrementos de 2 mm cada, até se obter 6 mm de altura. Cada incremento foi fotopolimerizado durante 20 segundos, de acordo com as instruções do fabricante, e as faces mesial, distal, vestibular e lingual foram sucessivamente fotopolimerizadas por mais 10 segundos cada. Durante o procedimento, a intensidade da luz fotopolimerizadora foi controlada periodicamente para um mínimo de 400 mW/cm<sup>2</sup> com um radiómetro (Curing Radiometer P/N 10503, EUA).

<b>Material (Lote e validade)</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Composição</b>
Clearfil SE Bond (Primer: Lot 2U0022; Val 2015/07 Bond: Lot 2T0039; Val 2015/07)	Kuraray, Okayama, Japão	Primer: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato (10-MDP); 2-hidroxietyl metacrilato (HEMA); dimetacrilato alifático hidrofóbico; dl-canforoquinona; N,N-dietanol-p-toluidina; água. Bond: 10-metacrilóiloxidecil dihidrogénio fosfato (10-MDP); bisfenol A diglicidilmetacrilato (Bis-GMA); 2-hidroxietyl metacrilato (HEMA); dimetacrilato alifático hidrofóbico; dl-canforoquinona; N,N-dietanol-p-toluidina; sílica coloidal.
Scotchbond Universal Bond (Lot 540368; Val 2015/12)	3M ESPE, Seefeld, Alemanha	Bisfenol A diglicidilmetacrilato (Bis-GMA); 2-hidroxietyl metacrilato (HEMA); decametileno dimetacrilato; etanol; água; sílica tratada com silano; 2-ácido propenóico; 2-metil; produtos de reacção

		com 1,10-decanediol e óxido de fósforo; copolímero de acrílico e ácido itacônico; dimetilaminobenzoato(-4); canforoquinona; (dimetilamino)etil metacrilato; metil etil cetona.
Scotchbond Universal Etchant (Lot 537103; Val 2015/11)	3M ESPE, Seefeld, Alemanha	Água; ácido fosfórico; sílica amorfa sintética; polietilenoglicol; óxido de alumínio.
ENAMEL plus HRI, cor UD4 (Lot 2013008104; Val 2018/11)	Micerium S.p.A. Avegno (GE) Itália	Dimetacrilatos, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, óxidos mistos, pré-polímeros, aditivos, catalizadores estabilizadores, pigmentos.

Tabela 1 – Lote, validade, fabricante e composição dos materiais utilizados (3M, 2011; Kuraray, 2012b; a)

## 2.5. Preparação dos espécimes para o teste de $\mu$ TBS

Todos os dentes foram pintados de diferentes cores com tinta à prova de água. A face exterior da resina composta também foi marcada, com o objetivo de excluir do estudo os palitos nos quais a adesão foi feita em esmalte.

Os dentes foram colocados em água destilada numa estufa de incubação durante 24h a 37°C. Foram registadas a data e hora das restaurações.

Posteriormente, os dentes foram cortados longitudinalmente nas direções dos eixos “x” e “y” com um disco de diamante (Diamond Wafering Blade -10,2cm\*0,3mm-Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA), a baixa rotação e sob refrigeração, num micrótomo (Isomet<sup>TM</sup>, Buehler Ltd. Ltd., Lake Buff, IL, EUA), para obter palitos com uma área seccional de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup>. Foi efetuado um corte final na base da raiz, perpendicularmente ao longo eixo do dente, para separar os palitos do suporte acrílico.



Figura 4 – Primeiro corte para obtenção dos palitos



Figura 5 – Segundo corte para obtenção dos palitos



Os palitos perdidos ou descolados foram registados. Consideraram-se palitos descolados os que se separaram na interface adesiva durante os cortes para obtenção dos mesmos, e palitos perdidos aqueles que se fraturaram ou perderam durante a preparação para o teste.

Os palitos obtidos foram mantidos em água destilada a 37°C durante um máximo de 24 horas, até à realização dos testes de microtração.



Figura 6 – Palitos guardados em água destilada até teste  $\mu$ TBS

## 2.6. Testes de $\mu$ TBS



Figura 7 – *Jig* de Geraldelli com um palito montado na máquina universal

Cada palito foi colado individualmente num *jig* de Geraldelli de aço inoxidável, com cola de cianoacrilato, e sujeito a uma força de tração numa máquina de Teste Universal (4500, Instron, Grove City, PA, EUA), com uma célula de carga de 1 kN, a uma velocidade de 1 mm/minuto até ocorrer fratura, com o stress exprimido em MPa.

Uma craveira eletrónica (Ficher Darex<sup>®</sup>, França), foi utilizada para medir as secções dos palitos e calcular a área de adesão em mm<sup>2</sup>.

Cada fratura foi observada ao microscópio ótico (NIKON, Japão) com uma ampliação de 10x, para se caracterizar o tipo de fratura ocorrida:

- Adesiva (A) – interface adesiva;
- Coesiva de compósito (CC) – resina composta;
- Coesiva de dentina (CD) – no seio da dentina;
- Mista (M) – quando ocorre tanto na dentina como na resina composta.

## **2.7. Análise estatística**

A análise estatística dos resultados foi feita através de métodos descritivos e de inferência. Realizaram-se os testes de normalidade de Kolmogorov-Smirnov e de Shapiro-Wilk, e o teste de variância de Levene. Quando se assumiu a distribuição normal dos dados, fez-se um teste-t para amostras independentes.

As falhas pré-teste que ocorreram durante a preparação dos espécimes não foram contabilizadas para a análise estatística.

### 3. Resultados

Dos seis dentes seleccionados para o estudo obtiveram-se para o grupo SBU TE 135 palitos e para o grupo CF TE 129 palitos, dos quais 69 foram testados no grupo SBU TE e 70 no grupo CF TE. Em cada dente de cada grupo, guardou-se um terço dos palitos obtidos para estudo posterior após 6 meses de envelhecimento. A caracterização dos palitos obtidos pode ser observada na Tabela 2.

Grupo	Dente	Palitos obtidos	Palitos descolados	Palitos perdidos	Palitos tracionados	Palitos testados por grupo
SBU TE	3.1	42	1	2	25	69
	3.2	53	2	8	28	
	3.3	40	8	6	16	
CL TE	4.1	54	7	5	28	70
	4.2	38	0	0	25	
	4.3	37	7	3	17	
<b>Total</b>		264	25	23	139	139

Tabela 2 – Caracterização dos palitos obtidos, por grupo e por dente de cada grupo

Os valores médios obtidos no teste de  $\mu$ TBS (Tabela 3 e Gráfico 1) são bastante díspares entre os dois grupos, sendo significativamente ( $p < 0,05$ ) mais elevados para o grupo SBU TE do que para o grupo CF TE.

Grupo	Média	Desvio padrão
SBU TE	50,71	21,62
CF TE	41,56	17,31

Tabela 3 – Valores do teste de  $\mu$ TBS (MPa)

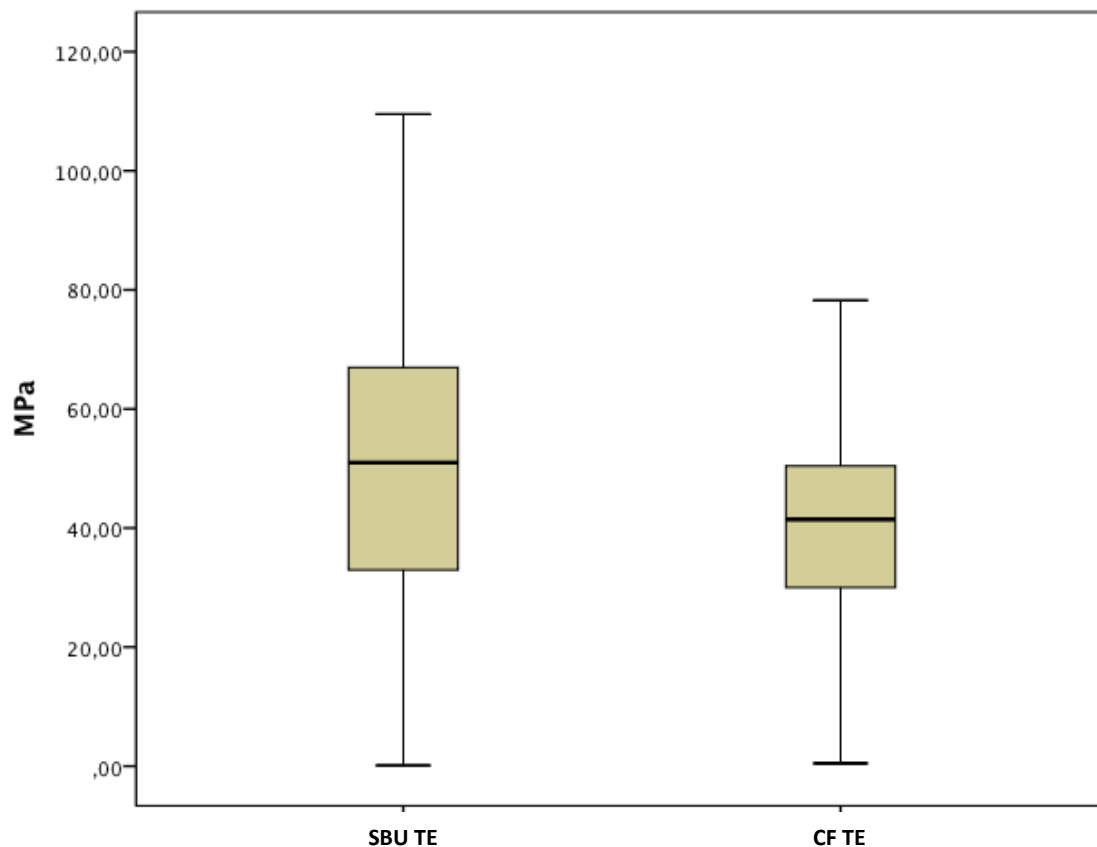


Gráfico 1 – Valores do teste de  $\mu$ TBS (MPa)

Foram realizados os testes de normalidade de Kolmogorov-Smirnov e de Shapiro-Wilk (Tabela 4), mas como a amostra de ambos os grupos é superior a 50, apenas vamos observar os resultados do teste de Kolmogorov-Smirnov. Este teste revela que o grupo SBU TE não tem uma distribuição normal, mas o grupo CF TE sim.

Grupo	Kolmogorov-Smirnov			Shapiro-Wilk		
	Estatística	Df	Significância	Estatística	df	Significância
SBU TE	0,118	69	0,019	0,967	69	0,067
CL TE	0,086	70	0,200	0,982	70	0,433

Tabela 4 – Testes de normalidade de Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk (MPa)

O teste de Levene mostra que não se assumiu igualdade de variância, e o teste-t para este caso revela uma significância, ou valor de p, de 0,007 (Tabela 5).

	Teste de Levene		Teste t			
	F	Sig.	t	df	Sig. (2-tailed)	Diferença de médias
Igualdade de variâncias assumida	5,614	0,019	2,757	137	0,007	9,1547
Igualdade de variâncias não assumida	-	-	2,753	129,96	0,007	9,1547

Tabela 5 – Teste de Levene para igualdade de variâncias e teste-t para igualdade de médias

Em relação ao tipo de falhas observadas no teste  $\mu$ TBS (Tabela 6 e Gráfico 2), o grupo SBU TE obteve maior percentagem de falhas coesivas do que adesivas e o grupo CF TE obteve igual percentagem entre estes tipos de falha. O grupo CF TE obteve o dobro de falhas adesivas que o grupo SBU TE. Ambos os grupos obtiveram valores baixos de falhas mistas.

Grupo	Tipo de Falha			
	A	CC	CD	M
SBU TE	14 (20,29)	21 (30,43)	21 (30,43)	13 (18,84)
CF TE	30 (42,86)	14 (20,00)	14 (20,00)	12 (17,14)

Tabela 6 – Caracterização por tipo de falha em frequência e percentagem entre parênteses

## Tipo de falha

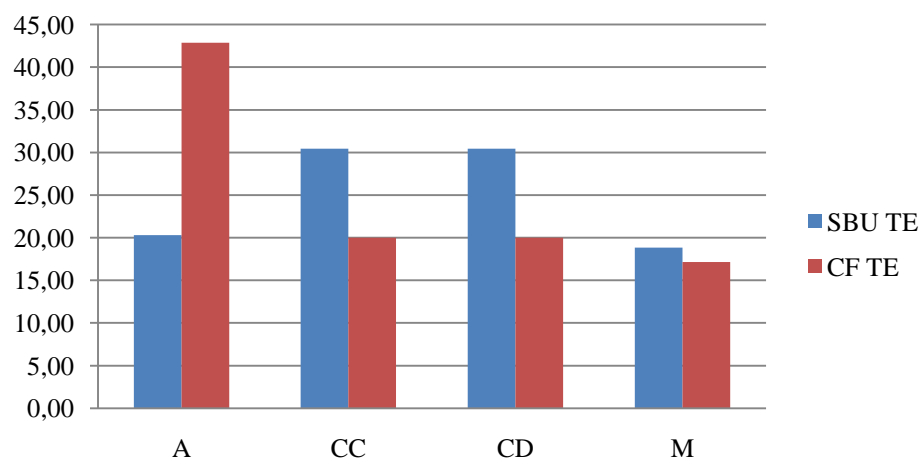


Gráfico 2 – Distribuição do tipo de falha por grupo em percentagem

## 4. Discussão

Neste estudo comparámos as forças de adesão na dentina de um adesivo *self-etch* (Clearfil SE – CSE) e de um adesivo universal (Scotchbond Universal Bond – SBU) ambos com condicionamento ácido prévio. A razão por detrás deste estudo foi que, se os adesivos universais podem ser utilizados em modo *etch&rinse* ou *self-etch* sem alteração significativa nas forças de adesão (Wagner *et al.*, 2014), então o mesmo se deveria aplicar aos adesivos *self-etch*, visto terem uma composição muito semelhante (3M, 2011; Kuraray, 2012b; a). No entanto, a hipótese nula foi rejeitada, visto ter ocorrido uma diferença significativa ( $p < 0,05$ ) entre os valores de força de adesão no teste  $\mu$ TBS, sendo piores os resultados obtidos para o grupo CF TE.

Tanto o SBU como o CSE utilizam 10-MDP como monómero funcional (Mena-Serrano *et al.*, 2013) que forma uma ligação química com a hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2012). O SBU contém menos 10-MDP do que o CSE, contudo também possui copolímero de ácido polialcenóico, que foi inicialmente utilizado na composição do Vitrebond (3M ESPE) (Mena-Serrano *et al.*, 2013). Este copolímero liga-se quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite (Mittra *et al.*, 2009). Mais de 50% dos grupos carboxilo do copolímero de ácido polialcenóico são capazes de se ligar à hidroxiapatite. Os grupos carboxilo substituem os iões fosfato do substrato e ligam-se ionicamente ao cálcio (Lin *et al.*, 1992).

A presença do copolímero de ácido polialcenóico em combinação com o 10-MDP apresenta resultados contraditórios na literatura. Perdigão *et al.* (2012) relatou valores de  $\mu$ TBS mais elevados para o SBU quando comparado com o CSE, enquanto Muñoz *et al.* (2013) observou valores mais reduzidos para o SBU com a mesma comparação. Este copolímero pode competir com o 10-MDP pelos locais de ligação ao cálcio, e devido ao seu maior peso molecular poderá mesmo prevenir a aproximação dos monómeros durante a polimerização (Muñoz *et al.*, 2013). Ainda assim, está habitualmente associado a uma performance adesiva melhorada (Van Meerbeek *et al.*, 2011; Perdigão *et al.*, 2013) o que poderá explicar os melhores resultados obtidos para o SBU neste estudo.

Outra diferença entre os grupos testados foi o modo de aplicação. No grupo SBU TE o adesivo foi aplicado ativamente, enquanto que no grupo CF TE o *primer* foi apenas colocado na superfície durante 20 segundos. Tem sido demonstrado que uma aplicação ativa melhora a performance adesiva dos sistemas *self-etch* (Loguercio *et al.*,

2011). Acredita-se que uma aplicação ativa leve a uma maior penetração dos monómeros no substrato de dentina, a uma maior evaporação do solvente, e uma maior eficácia de polimerização através do aumento de interação dos monómeros com o substrato dentário (Zhang e Wang, 2013). Sendo uma variável fácil de alterar, estudos futuros poderão avaliar o efeito da aplicação ativa do *primer* do CSE quando utilizado em modo *etch&rinse*.

O SBU e o CSE têm um pH semelhante (aproximadamente 2) (Muñoz *et al.*, 2013), que desmineraliza parcialmente a dentina, deixando uma quantidade substancial de cristais de hidroxiapatite em redor das fibras de colagénio (Tay e Pashley, 2001), que por sua vez permite a acção do 10-MDP (Yoshida *et al.*, 2004).

A *smear layer* constitui uma barreira física que torna difícil a adesão e formação de uma camada híbrida verdadeiramente integrada na dentina (Kenshima *et al.*, 2005). Após condicionamento ácido, a *smear layer* é removida e a dentina superficial desmineralizada, permitindo a criação de uma camada híbrida bem impregnada (Hanabusa *et al.*, 2012; Perdigão *et al.*, 2012). Wagner *et al.* (2014) demonstrou que vários adesivos universais, incluindo o SBU, utilizados em modo *etch&rinse* resultavam numa maior penetração da dentina, com formação de *resin tags* longos (até 50 µm) e camada híbrida mais espessa (2-4 µm). Embora haja uma melhor morfologia da interface após o condicionamento ácido, foi demonstrado que resulta na diminuição das forças de adesão, com aumento no número de falhas adesivas (Van Landuyt *et al.*, 2006a; Van Landuyt *et al.*, 2006b). A redução da força de adesão tem sido atribuída à infiltração incompleta da resina na matriz de colagénio desmineralizada (Hashimoto *et al.*, 2000). O ácido fosfórico desmineraliza a dentina mais profundamente do que os adesivos “*mild*” *self-etch* estão desenhados para infiltrar (Hanabusa *et al.*, 2012).

Proença *et al.* (2007) verificou que o condicionamento ácido reduz significativamente as forças de adesão do CSE à dentina. Tal poderá estar relacionado com a redução da interação entre 10-MDP e a dentina após o condicionamento, pois a disponibilidade de hidroxiapatite fica diminuída (Torii *et al.*, 2002; Van Landuyt *et al.*, 2006a).

Não foi encontrado na literatura nenhum estudo que compare os mesmos grupos testados no presente trabalho. Os estudos encontrados testavam grupos com aplicação *self-etch* e *etch&rinse* de cada um destes dois adesivos (Van Landuyt *et al.*, 2006a;



Proença *et al.*, 2007; Perdigão *et al.*, 2012; Muñoz *et al.*, 2013; Marchesi *et al.*, 2014; Muñoz *et al.*, 2014; Wagner *et al.*, 2014).

Os resultados obtidos, que podem ser observados na Tabela 7, mostram resultados controversos no que diz respeito ao condicionamento ácido do SBU. Dois estudos relataram um ligeiro diminuir de valores de  $\mu$ TBS (Marchesi *et al.*, 2014; Muñoz *et al.*, 2014), outros dois relatam um aumento dos valores (Muñoz *et al.*, 2013; Wagner *et al.*, 2014) e outro não relata diferença entre os dois grupos (Perdigão *et al.*, 2012). No caso do CSE, o condicionamento prévio resultou num diminuir acentuado dos valores de  $\mu$ TBS (Van Landuyt *et al.*, 2006a; Proença *et al.*, 2007).

Artigo	Scotchbond Universal		Clearfil SE	
	<i>Self-etch</i>	<i>Etch&amp;rinse</i>	<i>Self-etch</i>	<i>Etch&amp;rinse</i>
Van Landuyt <i>et al.</i> , 2006	-	-	40,5 ( $\pm$ 15,7)	33,9 ( $\pm$ 14,4)
Proença <i>et al.</i> , 2007	-	-	42,7 ( $\pm$ 10,7)	27,7 ( $\pm$ 8,7)
Perdigão <i>et al.</i> , 2012	54,4 ( $\pm$ 18,5)	54,0 ( $\pm$ 18,8)	47,2 ( $\pm$ 22,9)	-
Muñoz <i>et al.</i> , 2013	32,4 ( $\pm$ 4,5)	35,1 ( $\pm$ 6,6)	43,0 ( $\pm$ 4,5)	-
Marchesi <i>et al.</i> , 2014	35,5 ( $\pm$ 9,7)	34,8 ( $\pm$ 9,4)	-	-
Muñoz <i>et al.</i> , 2014	34,7 ( $\pm$ 5,8)	32,3 ( $\pm$ 3,7)	-	-
Wagner <i>et al.</i> , 2014	44,0 ( $\pm$ 21,9)	49,1 ( $\pm$ 11,1)	-	-
Resultados deste estudo	-	50,71 ( $\pm$ 21,62)	-	41,56 ( $\pm$ 17,31)

Tabela 7 – Valores médios de  $\mu$ TBS e desvio padrão obtidos em diversos estudos, comparativamente aos resultados obtidos no presente estudo (MPa)

Os resultados obtidos neste estudo foram muito superiores aos obtidos noutros dentro do mesmo grupo, à exceção dos estudos de Muñoz *et al.* (2014) e de Perdigão *et al.* (2012). Em alguns dos estudos são semelhantes, para o CSE, ou superiores, para o SBU, aos valores obtidos com a técnica *self-etch*. Todavia, os resultados podem não ser comparáveis devido a diferenças entre a metodologia utilizada (Armstrong *et al.*, 2010).

Existem diferenças na maneira como a *smear layer* foi obtida, no caso de Van Landuyt *et al.* (2006a) e Marchesi *et al.* (2014), ou, no caso de Proença *et al.* (2007), não foi disponibilizada informação sobre como ou se foi produzida *smear layer*. Também houve diferenças na obtenção de espécimes, pois Wagner *et al.* (2014) e Van Landuyt *et al.* (2006a) apenas utilizaram palitos da região central do dente para diminuir a variabilidade do substrato e este último preparou os palitos com forma de ampulheta.

Esta forma tem um diâmetro menor na zona da interface adesiva de modo a concentrar o stress e evitar fraturas indesejadas junto à cola de cianoacrilato (Armstrong *et al.*, 2010). Outra diferença relaciona-se com a velocidade *cross-head* da máquina de teste universal, que neste estudo e no de Perdigão *et al.* (2012) foi de 1 mm/min enquanto que nos outros estudos foi de 0,5 mm/min. Embora exista evidência que a velocidade não afeta a  $\mu$ TBS (Yamaguchi *et al.*, 2006; Poitevin *et al.*, 2008), Poitevin *et al.* (2008) recomenda a velocidade de 1 mm/min devido a um padrão mais uniforme de stress-tempo.

O tipo de falha observado com maior frequência neste estudo foi a falha coesiva, tanto de compósito como de dentina, para o grupo SBU TE, e a falha adesiva, equilibrada com a coesiva, para o grupo de CF TE. As falhas coesivas podem ser causadas por erros no alinhamento do espécime ao longo do eixo da máquina de teste universal (Cho e Dickens, 2004) ou devido a microfissuras produzidas no espécime durante o seu corte (Sadek *et al.*, 2006). Estas falhas evitam uma análise precisa da força de adesão da interface (Perdigão e Lopes, 1999). As falhas mistas são razão para incerteza, pois podem ser predominantemente no compósito ou na dentina, e representam a resistência à microtração de dois materiais com diferentes propriedades mecânicas (Scherrer *et al.*, 2010). Porém, neste estudo foi o tipo de falhas menos predominante.

Este estudo apresenta várias limitações, sendo a primeira tratar-se de um estudo *in vitro*. O derradeiro teste para avaliar a longevidade das restaurações dentárias são ensaios clínicos prolongados, no entanto não conseguem diferenciar a verdadeira razão da falha devido ao impacto simultâneo de diversos fatores de stress na cavidade oral. Os testes laboratoriais conseguem avaliar o efeito de uma única variável, mantendo todas as outras constantes (Van Meerbeek *et al.*, 2003). Por outro lado, os adesivos dentários estão em rápida evolução, com os fabricantes a introduzirem versões sucessoras antes de um ensaio clínico ter sido terminado para o antecessor (Peumans *et al.*, 2005).

O teste de  $\mu$ TBS, que utiliza espécimes com superfícies inferiores a 1 mm<sup>2</sup>, tem como vantagens proporcionar uma utilização económica de cada dente (dando origem a múltiplos espécimes por dente), o controlo de diferenças regionais da dentina, uma melhor distribuição de stress na interface adesiva, assim como a possibilidade de simular o envelhecimento dos espécimes (Sano *et al.*, 1994; Pashley *et al.*, 1999).

No presente estudo a força de adesão foi testada 24h após a aplicação do sistema adesivo, como tal deve ser considerada adesão imediata (Hanabusa *et al.*, 2012). Com o passar do tempo ocorre degradação da camada híbrida, que vai resultar em valores diminuídos de  $\mu$ TBS relativamente aos obtidos em adesão imediata (De Munck *et al.*, 2003). Esta degradação pode ocorrer por hidrólise das ligações entre polímeros da resina ou por degradação enzimática endógena das fibras de colagénio (Breschi *et al.*, 2008). O modelo clinicamente relevante passa por incubar as coroas restauradas com resina composta em água a 37°C, por períodos variáveis de tempo, e apenas os reduzir a palitos antes do teste de  $\mu$ TBS (De Munck *et al.*, 2003). Existem indicações de correlação entre os valores laboratoriais de  $\mu$ TBS e as taxas de retenção clínica de restaurações de Classe V, especialmente nos casos de amostras laboratoriais envelhecidas (Van Meerbeek *et al.*, 2010). Os resultados deste estudo não incluem os efeitos do envelhecimento, o que os torna clinicamente menos relevantes.

As falhas pré-teste podem ser tratadas estatisticamente de várias formas. Podem ser excluídas da análise estatística, como neste estudo, com consequente sobre estimação dos valores de  $\mu$ TBS; podem-lhes ser atribuído um valor pré-definido, como 0 MPa, o que vai penalizar os resultados em demasia; ou podem-lhes ser atribuído o valor mais baixo de  $\mu$ TBS obtido naquele grupo (Eckert e Platt, 2007; Mine *et al.*, 2009).

A influência da variabilidade da dentina nos valores de  $\mu$ TBS também não foi contabilizada. Loguercio *et al.* (2005) reportou valores de  $\mu$ TBS mais elevados para palitos da periferia do que para os centrais em adesão imediata, e o inverso após 6 meses de armazenamento em água a 37°C do seu corte. Uma possível explicação dada para tal ocorrência é que a difusão de água da periferia para o centro ocorre lentamente, pelo que a superfície externa fica mais suscetível à degradação pela água.

Outra limitação relaciona-se com o facto de ter sido testada a  $\mu$ TBS em dentina de dentes sem cárie. Foi relatado que, para algumas marcas e tipos de adesivos, as forças de adesão são significativamente menores para dentina afetada por cárie do que para dentina normal (Nakajima *et al.*, 2000; Scholtanus *et al.*, 2010). Na prática clínica, o substrato para as restaurações adesivas consiste não só em esmalte e dentina normal, mas também em dentina afetada (Scholtanus *et al.*, 2010).

As implicações clínicas dos resultados deste estudo são que, entre os adesivos com 10-MDP na composição, um adesivo universal terá melhores resultados em modo *etch&rinse* do que um *self-etch* de dois passos.

## 5. Conclusão

Dentro das limitações deste estudo, os resultados indicam que, quando utilizados com condicionamento ácido prévio da dentina, o Scotchbond Universal Bond obteve melhores valores de  $\mu$ TBS do que o Clearfil SE em adesão imediata. Deste modo, o Scotchbond Universal Bond estará mais indicado em situações clínicas em que se tenha de optar por um protocolo *etch&rinse*.

É necessário realizar mais estudos para verificar o efeito do envelhecimento nos valores de  $\mu$ TBS dos dois adesivos quando utilizados em modo *etch&rinse*, e para avaliar se a aplicação ativa do *primer* do Clearfil SE poderá melhorar estes resultados.

## 6. Referências bibliográficas

3M (2011). Material Safety Data Sheet 3M™ ESPE™ Scotchbond™ Universal Intro Kit.

[http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSuUn\\_zu8l00xMY\\_eN8mGov70k17zHvu9lxtD7SSSSSS--](http://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSuUn_zu8l00xMY_eN8mGov70k17zHvu9lxtD7SSSSSS--).

Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LH, Soares CJ, Yamagawa J (2010). Adhesion to tooth structure: a critical review of "micro" bond strength test methods. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 26(2):e50-62.

Breschi L, Mazzoni 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 : official publication of the Academy of Dental Materials* 24(1):90-101.

Buonocore MG (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of dental research* 34(6):849-853.

Cardoso MV, Coutinho E, Ermis RB, Poitevin A, Van Landuyt K, De Munck J *et al.* (2008). Influence of dentin cavity surface finishing on micro-tensile bond strength of adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 24(4):492-501.

Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR (2005). A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials* 26(9):1035-1042.

Chan KM, Tay FR, King NM, Imazato S, Pashley DH (2003). Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers. *American journal of dentistry* 16(5):340-346.

Cho BH, Dickens SH (2004). Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 20(2):107-115.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K *et al.* (2003). Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *Journal of dental research* 82(2):136-140.

DeGrange H, Roulet JF (1997). *Minimally invasive dentistry with bonding* Chicago: Quintessence Publishing.

Eckert GJ, Platt JA (2007). A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 23(3):385-391.

Fusayama T (1980). *New concepts in operative dentistry* Tokyo: Quintessence Publishing Co., Inc.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B *et al.* (2012). Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *Journal of dentistry* 40(6):475-484.

Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H (2000). The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 16(6):406-411.

Inoue S, Van Meerbeek B, Vargas M, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G (2000). Adhesion mechanism of self-etch adhesives. In: *Advanced adhesive dentistry*. Cirimido: Grafiche Erredue, pp. 131-148.

Kanemura N, Sano H, Tagami J (1999). Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *Journal of dentistry* 27(7):523-530.

Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo Lde L, Filho LE, Nogueira FN *et al.* (2005). Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *The journal of adhesive dentistry* 7(2):117-126.

Kuraray (2012a). Material Safety Data Sheet Kuraray™ Clearfil SE Bond™ - Bond. [www.kuraraydental.com/product/bonding-agents/clearfil-se-bond](http://www.kuraraydental.com/product/bonding-agents/clearfil-se-bond).

Kuraray (2012b). Material Safety Data Sheet Kuraray™ Clearfil SE Bond™ - Primer. [www.kuraraydental.com/product/bonding-agents/clearfil-se-bond](http://www.kuraraydental.com/product/bonding-agents/clearfil-se-bond).

Lin A, McIntyre NS, Davidson RD (1992). Studies on the adhesion of glass-ionomer cements to dentin. *Journal of dental research* 71(11):1836-1841.

Loguercio AD, Uceda-Gomez N, Carrilho MR, Reis A (2005). Influence of specimen size and regional variation on long-term resin-dentin bond strength. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 21(3):224-231.

Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A, Reis A (2011). Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine. *Journal of dentistry* 39(8):578-587.

Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosa M, Cadenaro M *et al.* (2014). Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-Year in vitro study. *Journal of dentistry* 42(5):603-612.

Mena-Serrano A, Kose C, De Paula EA, Tay LY, Reis A, Loguercio AD *et al.* (2013). A new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]* 25(1):55-69.

Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T *et al.* (2009). Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *Journal of dentistry* 37(11):872-883.

Mitra SB, Lee CY, Bui HT, Tantbirojn D, Rusin RP (2009). Long-term adhesion and mechanism of bonding of a paste-liquid resin-modified glass-ionomer. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 25(4):459-466.

Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH (2013). Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of dentistry* 41(5):404-411.

Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez I, Szesz AL, Reis A, Loguercio AD *et al.* (2014). Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *Journal of dentistry* 42(5):595-602.

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):265-273.

Nakajima M, Sano H, Urabe I, Tagami J, Pashley DH (2000). Bond strengths of single-bottle dentin adhesives to caries-affected dentin. *Operative dentistry* 25(1):2-10.

Pashley DH, Tao L, Boyd L, King GE, Horner JA (1988). Scanning electron microscopy of the substructure of smear layers in human dentine. *Archives of oral biology* 33(4):265-270.

Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y *et al.* (1999). The microtensile bond test: a review. *The journal of adhesive dentistry* 1(4):299-309.

Pashley DH, Tay FR (2001). Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 17(5):430-444.

Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjaderhane L, Carvalho RM, Carrilho M *et al.* (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 27(1):1-16.

Perdigão J, Lopes M (1999). Dentin bonding - questions for the new millennium. *The journal of adhesive dentistry* 1(3):191-209.

Perdigão J, Carmo AR, Anauate-Netto C, Amore R, Lewgoy HR, Cordeiro HJ *et al.* (2005). Clinical performance of a self-etching adhesive at 18 months. *American journal of dentistry* 18(2):135-140.

Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC (2012). Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *American journal of dentistry* 25(3):153-158.



Perdigão J, Sezinando A, Monteiro PC (2013). Effect of substrate age and adhesive composition on dentin bonding. *Operative dentistry* 38(3):267-274.

Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2005). Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 21(9):864-881.

Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2010). Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 26(12):1176-1184.

Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lambrechts P *et al.* (2008). Critical analysis of the influence of different parameters on the microtensile bond strength of adhesives to dentin. *The journal of adhesive dentistry* 10(1):7-16.

Proença JP, Polido M, Osorio E, Erhardt MC, Aguilera FS, Garcia-Godoy F *et al.* (2007). Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 23(12):1542-1548.

Sadek FT, Monticelli F, Muench A, Ferrari M, Cardoso PE (2006). A novel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. *Journal of biomedical materials research Part B, Applied biomaterials* 78(1):7-14.

Salz U, Mucke A, Zimmermann J, Tay FR, Pashley DH (2006). pKa value and buffering capacity of acidic monomers commonly used in self-etching primers. *The journal of adhesive dentistry* 8(3):143-150.

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R *et al.* (1994). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 10(4):236-240.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV (2010). Direct comparison of the bond strength results of the different test methods: a critical literature review. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 26(2):e78-93.

Scholtanus JD, Purwanta K, Dogan N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ (2010). Microtensile bond strength of three simplified adhesive systems to caries-affected dentin. *The journal of adhesive dentistry* 12(4):273-278.

Standardization IOF (2003). ISO/TR 11405 Dental Materials - Testing of adhesion to tooth structure. Geneva, Switzerland: WHO, pp. 1-16.

Tay FR, Pashley DH (2001). Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 17(4):296-308.

Torii Y, Ito K, Nishitani Y, Ishikawa K, Suzuki K (2002). Effect of phosphoric acid etching prior to self-etching primer application on adhesion of resin composite to enamel and dentin. *American journal of dentistry* 15(5):305-308.

Van Landuyt KL, Kanumilli P, De Munck J, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2006a). Bond strength of a mild self-etch adhesive with and without prior acid-etching. *Journal of dentistry* 34(1):77-85.

Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B (2006b). Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 22(6):533-544.

Van Landuyt KL, 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):3757-3785.

Van Meerbeek B, Perdigao J, Lambrechts P, Vanherle G (1998). The clinical performance of adhesives. *Journal of dentistry* 26(1):1-20.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P *et al.* (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 *et al.* (2010). Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 26(2):e100-121.

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 27(1):17-28.

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.

Yamaguchi K, Miyazaki M, Takamizawa T, Tsubota K, Rikuta A (2006). Influence of crosshead speed on micro-tensile bond strength of two-step adhesive systems. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials* 22(5):420-425.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Yoshioka M, Snauwaert J, Abe Y *et al.* (2001). Adhesion to and decalcification of hydroxyapatite by carboxylic acids. *Journal of dental research* 80(6):1565-1569.

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

Yoshida Y, Inoue S (2012). Chemical analyses in dental adhesive technology. *Jpn Dent Sci Rev* 48(141-152).

Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T *et al.* (2012). Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. *Journal of dental research* 91(4):376-381.

Yoshioka M, Yoshida Y, Inoue S, Lambrechts P, Vanherle G, Nomura Y *et al.* (2002). Adhesion/decalcification mechanisms of acid interactions with human hard tissues. *Journal of biomedical materials research* 59(1):56-62.

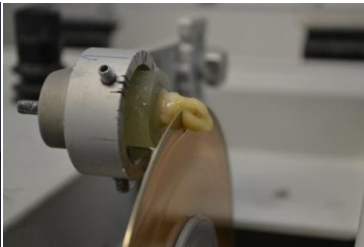
Zhang Y, Wang Y (2013). Effect of application mode on interfacial morphology and chemistry between dentine and self-etch adhesives. *Journal of dentistry* 41(3):231-240.

## 7. Anexos

### 7.1. Imagens do processo laboratorial



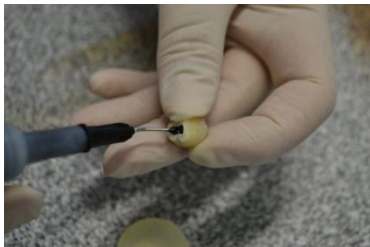
2.3. Dente colado com cera colante ao suporte acrílico



2.3. Corte 1-2 mm abaixo da junção amelocementária



2.3. Remoção dos tecidos pulpare



2.3. Preenchimento da câmara pulpar com cola de cianoacrilato



2.3. Segmento de coroa colado ao suporte acrílico



2.3. Corte a 1-2 mm dos cornos pulpare



2.3. Criação de *smear layer* em papel abrasivo de carbureto de silício



2.4. Condicionamento ácido da dentina



2.4. Lavagem com água destilada



2.4. Manutenção da dentina húmida com algodão húmido



2.4. Aplicação do *primer* e do adesivo com um aplicador descartável



2.4. Secagem com jacto de ar



2.4. Fotopolimerização do adesivo



2.4. Restauração em resina composta



2.5. Primeiro corte para obtenção dos palitos



2.5. Primeiro corte para obtenção dos palitos



2.5. Segundo corte para obtenção dos palitos



2.5. Palitos guardados em água destilada até teste  $\mu$ TBS



2.6. Palitos montados em *jig* de Geraldelli



2.6. *Jig* de Geraldelli montado na máquina universal



2.6. Observação do tipo de falha obtida no teste  $\mu$ TBS

## 7.2. Materiais



Scotchbond Universal Bond™ (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)

Scotchbond Universal Etchant™ (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)



Clearfil SE Bond™ (Kuraray, Okayama, Japão)

Scotchbond Universal Etchant™ (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA)



ENAMEL plus HRi™, cor UD4 (Micerium S.p.A., Avegno, (GE) Itália)

### **7.3. Instruções do fabricante SBU**

#### Condicionamento seletivo do esmalte

O condicionamento accidental da dentina não tem qualquer influência negativa sobre a adesão.

- Aplicar um gel de condicionamento comum com 35% de ácido fosfórico, p. ex. Scotchbond Universal Etchant, sobre o esmalte preparado e não preparado (se for o caso) e deixar atuar durante 15 segundos.
- Em seguida, lavar bem com água, e secar com ar isento de humidade e óleo ou com pontas de algodão, sem ressequeir!

#### Processo de condicionamento total

- Aplicar um gel de condicionamento comum com 35% de ácido fosfórico, p. ex. Scotchbond Universal Etchant, sobre a substância dentária preparada e não preparada (esmalte e dentina) e deixar atuar durante 15 segundos.
- Em seguida, lavar bem com água, e secar com ar isento de humidade e óleo ou com pontas de algodão, sem ressequeir!

Procedimento para restaurações diretas com compósitos e compómeros polimerizáveis, reparação intra-oral com compósitos fotopolimerizáveis, dessensibilização do colo do dente, selagem de cavidades antes da obturação com amálgama, selagem de cavidades e preparações de cotos antes da fixação provisória de restaurações indiretas

- Utilizando o aplicador descartável, aplicar o adesivo em toda a substância dentária e pressioná-lo (massajando) durante aprox. 20 segundos. Evitar o contacto do adesivo com as mucosas da boca.
- Se necessário, voltar a humedecer o aplicador descartável durante o tratamento.
- Em seguida, aplicar um sopro de ar leve sobre o líquido durante 5 segundos, até que este deixe de evidenciar movimento e o solvente se tenha evaporado completamente.
- Polimerizar o adesivo durante 10 segundos, com uma unidade comum de polimerização por luz.
- Em seguida, consoante a indicação, prosseguir o trabalho com o material pretendido, de acordo com as respetivas instruções de utilização.



## 7.4. Instruções do fabricante CSE

### [ATENÇÃO]

A utilização de apenas o PRIMER não condiciona suficientemente o esmalte não preparado. O extravasamento de resina para esmalte não condicionado e não preparado pode causar descoloração marginal.

### A-6. Tratamento da superfície dentária

1. Dispensar a quantidade necessária de PRIMER num prato de mistura imediatamente antes da aplicação.

### [ATENÇÃO]

O PRIMER polimeriza com luz visível (especialmente raios ultravioleta). O PRIMER torna-se num gel se deixado sob luz natural ou da equipa. Utilizar uma placa bloqueadora da luz para evitar a luz natural (sol através da janela) ou da equipa, e utilizar dentro de 3 minutos após dispensa.

2. Aplicar PRIMER na totalidade das paredes da cavidade com uma esponja ou escova descartável. Deixar no local durante 20 segundos. Ter cuidado para não permitir contacto de saliva ou exsudado com as superfícies tratadas durante pelo menos 20 segundos.
3. Após o condicionamento da superfície do dente durante 20 segundos, evaporar os ingredientes voláteis com um jacto de ar suave e livre de óleo.

### [ATENÇÃO]

Evitar alagar o PRIMER. Também não lavar. Respeitar o método de secagem e o tempo de tratamento para assegurar ótima adesão.

Evitar tocar na superfície tratada. Se a superfície tratada estiver contaminada, lavar com água, secar, ou limpar com álcool, e tratar com PRIMER outra vez.

### A-7. Aplicação do adesivo

1. Dispensar a quantidade necessária de ADESIVO na cavidade de um prato de mistura.

[ATENÇÃO]

O ADESIVO polimeriza com luz visível (especialmente raios ultravioleta). O ADESIVO torna-se num gel se deixado sob luz natural ou da equipa. Utilizar uma placa bloqueadora da luz para evitar a luz natural (sol através da janela) ou da equipa, e utilizar dentro de 3 minutos após dispensa.

2. Aplicar ADESIVO em toda a superfície da cavidade com uma esponja ou escova descartável.
3. Após aplicação, tornar o filme de adesivo o mais uniforme possível utilizando um jacto de ar suave e livre de óleo.

[ATENÇÃO]

Um jacto de ar forte vai dispersar o agente adesivo, resultando numa adesão pobre.

4. Fotopolimerizar o ADESIVO durante 10 segundos com uma lâmpada fotopolimerizadora.