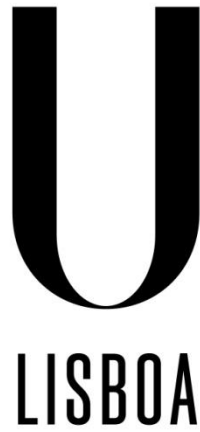


Universidade de Lisboa  
Faculdade de Medicina Dentária



---

UNIVERSIDADE  
DE LISBOA

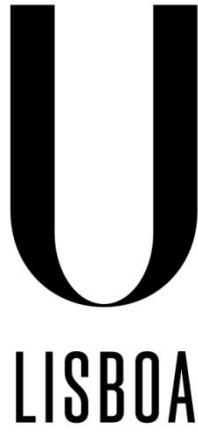
**Estudo *in vitro*: adesão ao esmalte de dois sistemas adesivos  
*self-etch***

**Maria Natacha Gonçalves de Sousa**

Dissertação  
Mestrado Integrado em Medicina Dentária

2014

Universidade de Lisboa  
Faculdade de Medicina Dentária



---

UNIVERSIDADE  
DE LISBOA

**Estudo *in vitro*: adesão ao esmalte de dois sistemas adesivos  
*self-etch***

**Maria Natacha Gonçalves de Sousa**

Dissertação orientada pela Mestre Ana Pequeno e  
co-orientada pela Professora Doutora Manuela Lopes

Mestrado Integrado em Medicina Dentária

2014

**ÍNDICE GERAL**

ÍNDICE GERAL .....	i
AGRADECIMENTOS .....	v
RESUMO .....	vii
ABSTRACT .....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS .....	xi
ÍNDICE DE TABELAS .....	xiii
ÍNDICE DE GRÁFICOS .....	xv
ÍNDICE DE ABREVIATURAS .....	xvii
INTRODUÇÃO.....	1
1. Adesão ao Esmalte.....	1
2. Sistemas Adesivos Amelodentinários.....	1
3. Classificação dos Sistemas Adesivos Amelodentinários.....	2
3.1. Sistemas Adesivos <i>self-etch</i> .....	3
4. Teste de força de adesão .....	4
5. Sistemas Adesivos Universais .....	6
MATERIAIS E MÉTODOS.....	7
1. Tipo de estudo .....	7
2. Desenho de estudo .....	7
3. Preparação dos dentes .....	7
4. Distribuição e tratamento dos segmentos de coroa .....	9
5. Preparação dos espécimes para o teste de microtração .....	11
6. Teste de microtração .....	12
7. Análise estatística .....	13
RESULTADOS .....	14
DISCUSSÃO.....	17
CONCLUSÃO.....	24
BIBLIOGRAFIA .....	I
ANEXO A .....	XII
ANEXO B .....	XIII



## AGRADECIMENTOS

*Em primeiro lugar, à minha orientadora, Dr.<sup>a</sup> Ana Pequeno, por toda a sua disponibilidade, ajuda, persistência e dedicação durante esta caminhada. Por me ter indicado o caminho correto perante as minhas incertezas, insatisfação e desânimo.*

*À minha co-orientadora, Professora Doutora Manuela Lopes, por toda a disponibilidade, ajuda e partilha de conhecimento durante todo este percurso e, em especial, por me ter feito acreditar que tudo era possível.*

*Ao Professor Doutor Alexandre Cavalheiro por toda a sua disponibilidade, partilha de conhecimento e incentivo durante toda a realização deste trabalho e pela sua ajuda imprescindível na análise estatística.*

*A todos os elementos do Departamento de Dentisteria Operatória da Faculdade de Medicina Dentária de Lisboa, por toda a ajuda, disponibilidade e conhecimento transmitido durante a realização do trabalho laboratorial.*

*A todas as colegas que este ano realizaram tese com o Departamento de Dentisteria, por toda a ajuda prestada durante todo o nosso percurso. Em especial, à Carolina Peneque e Catarina Santos porque, mesmo nos momentos de desânimo e stress, a ajuda estava sempre presente.*

*Aos meus amigos, em especial à Catarina Sousa, Catarina Cesário, Ingrid Ribeiras, Catarina Abrantes e Joana Nunes, por toda a companhia, amizade, carinho e alegria durante todo o nosso percurso de faculdade. Com a vossa amizade, a solidão não predominou no quotidiano, tornando toda esta caminhada mais suportável.*

*À minha melhor amiga e dupla Adriana Neves por toda a sua simpatia, amizade, carinho e alegria durante toda a nossa caminhada. Uma verdadeira amizade é aquela que permanece nas alegrias e nas tristezas e tu estás sempre lá em ambos os momentos. Muito obrigada!*

*Deixando as pessoas mais importantes para o fim, queria agradecer aos meus pais, irmãos, cunhadas, sobrinhos e avós (mesmo não presentes) e namorado. Sem o vosso apoio, nada teria sido possível. Muitos foram os momentos que a palavra “desistir” predominou mas, com o vosso carinho, ajuda, compreensão e principalmente AMOR, tudo foi ultrapassado. Um oceano nos separou durante estes 6 anos mas sei que estiveram sempre aqui durante todo o percurso.*

*Obrigada Mãe por todas as palavras de incentivo, todo o esforço no trabalho para tornar este sonho possível, todo o amor, compreensão e angústia durante estes anos.*

*Obrigada Pai por dizeres sempre “força filha que tu consegues” e por todo o esforço no trabalho para me poderes dar um futuro.*

*Obrigada José Luís por todas as conversas, sorrisos, vídeos e fotos para animar os meus dias.*

*Obrigada Tony pelas palavras de sabedoria, de força, de amizade durante estes anos e por todas as orações que bem precisei.*

*Obrigada David por todo o apoio durante estes anos. Muitas foram as horas ao telemóvel chorando e dizendo que não conseguia e tu, mesmo longe, escutavas e incentivavas. Obrigada por, quando a solidão e desânimo predominavam, apanhares um avião e vires ao meu encontro.*

*Obrigada às minhas cunhadas Graciela Sousa e Sara Freitas por todas as palavras de incentivo.*

*Obrigada meus sobrinhos Guilherme Sousa, Matilde Sousa e Leonor Sousa por me permitirem ser uma tia amada e feliz.*

*Obrigada Raul Silva por, mesmo longe, caminhares sempre a meu lado. Agradeço toda a confiança, amor, amizade, carinho e disponibilidade durante todos estes anos. Sei que não foi fácil e muitas vezes suportaste o meu desânimo mas, por isso mesmo, agradeço todas as tuas palavras de suporte e amor quando, para mim, tudo era negativo.*

***MUITO OBRIGADA A TODOS!***

## RESUMO

**Objetivo:** Comparar a força de adesão imediata, em esmalte, avaliada através do teste de microtração, do adesivo Clearfil SE Bond (CSE) com o adesivo Scotchbond Universal (SBU), pela técnica *self-etch* (SE), ambos segundo as instruções do fabricante. A hipótese nula testada é: não existem diferenças estatisticamente significativas entre as forças de adesão do CSE e do SBU, pela técnica SE, quando aplicados em esmalte, segundo as instruções do fabricante.

**Materiais e Métodos:** Oito terceiros molares humanos, intactos e sem evidência macroscópica de cáries ou restaurações, foram divididos aleatoriamente em dois grupos de acordo com a estratégia adesiva: grupo SBU MFR SE – SBU aplicado como SE, segundo as instruções do fabricante; grupo CL MFR SE – CL aplicado segundo as instruções do fabricante. A coroa dentária foi seccionada, no sentido mesio-distal, segundo o maior eixo do dente de modo a obter dois segmentos de coroa. A área adesiva foi preparada com uma broca diamantada, de acordo com um procedimento padronizado. Após o procedimento adesivo, incrementos de compósito foram aplicados sobre as superfícies preparadas, até perfazer uma altura de, aproximadamente, 6mm. Os dentes foram armazenados em água destilada (37°C) durante 24h, sendo posteriormente seccionados de modo a obter palitos com uma área de aproximadamente 1mm<sup>2</sup>. Estes foram submetidos a uma força de tração de 1 KN, a uma velocidade de 1mm/min. A análise estatística foi realizada através do teste paramétrico emparelhado *t-test*.

**Resultados:** As forças médias adesivas, em MPa, e o desvio-padrão de cada grupo testado foram muito semelhantes (SBU MFR SE = 16,62 ± 12,25 e CL MFR SE = 16,95 ± 8,16), não se tendo verificado diferenças estatisticamente significativas entre os grupos ( $p > 0,05$ ).

**Conclusão:** A hipótese nula não foi rejeitada. O desempenho, em esmalte, é similar quando é aplicado o *gold standard* SE (CSE) ou o recente sistema adesivo universal em modo SE (SBU).

**Palavras-chave:** Adesivos amelodentinários, técnica *self-etch*, adesivos universais, microtração, esmalte.





## ABSTRACT

**Objectives:** To evaluate the immediate microtensile bond strength ( $\mu$ TBS), to bur-cut enamel, of an Universal Adhesive System (Scotchbond Universal Adhesive, 3M ESPE, St.Paul, MN) in self-etch (SE) mode, with a gold-standard SE (Clearfil SE Bond, Kurakay, Okayama, Japan), both according to the manufacturer's instructions. The null hypothesis tested was that there is no difference in immediate microtensile bond strength to enamel between the Scotchbond Universal (SBU) in SE mode and the two-step SE adhesive Clearfil SE Bond (CSE), both by manufacturer's instructions.

**Methods:** Eight human third molars, intact and without macroscopic evidence of caries or restorations, were randomly assigned to two groups: group SBU MFR SE – SBU in SE mode and group CL MFR SE – CSE, both by manufacturer's instructions. The teeth were sectioned to obtain two enamel fragments. The enamel surfaces were roughened with a diamond bur in a standardized procedure. After de adhesive procedure, composite resin blocks of approximately 6mm were build-up over the prepared tooth substrate. After 24h of water storage (37°C), the bonded teeth were sectioned into beams with cross sectional area of approximately 1mm<sup>2</sup> and tested under tension (1mm/1min). The data were analysed with an independent-sample t test.

**Results:** The  $\mu$ TBS (MPa) and standard deviations were: SBU MFR SE = 16,62  $\pm$  12,25 and CL MFR SE = 16,95  $\pm$  8,16. There was no statistically significantly different between the groups.

**Conclusions:** The null hypothesis was not rejected. The SBU have a similar performance to the gold standard CL, regarding to  $\mu$ TBS to enamel.

**Keywords:** dental adhesives, self-etch mode, universal adhesives, microtensile bond strength, enamel.



## ÍNDICE DE FIGURAS

<b>Figura 1</b> - Dente colado ao suporte acrílico com cera colante. ....	7
<b>Figura 2</b> - Primeiro corte a 2mm da junção amelo-cementária. ....	7
<b>Figura 3</b> - Disco de Diamante.....	8
<b>Figura 4</b> - Micrótopo de tecidos duros. ....	8
<b>Figura 5</b> - Remoção do tecido pulpar com cureta de dentina. ....	8
<b>Figura 6</b> - Coroa colada ao suporte de acrílico com cera colante.....	8
<b>Figura 7</b> - Segundo corte da coroa no sentido mesio-distal.....	8
<b>Figura 8</b> - Cada segmento de coroa colado ao suporte acrílico por cola de cianoacrilato. .....	8
<b>Figura 9</b> - Adesivo Scotchbond Universal.....	10
<b>Figura 10</b> - Adesivo Clearfil SE Bond. ....	10
<b>Figura 11</b> - Resina composta ENAMEL plus HRi, cor UD4. ....	10
<b>Figura 12</b> - Build-up de resina composta (6mm).....	10
<b>Figura 13</b> - Polimerização da resina composta com fotopolimerizador LED. ....	10
<b>Figura 14</b> - Primeiros cortes longitudinalmente no eixo x. ....	12
<b>Figura 15</b> - Primeiros cortes longitudinalmente no eixo y. ....	12
<b>Figura 16</b> - Palitos obtidos após corte final. ....	12
<b>Figura 17</b> - Jig de Geraldeli na máquina de teste universal.....	12
<b>Figura 18</b> - Palito colado no Jig de Geraldeli com cola de cianoacrilato .....	12
<b>Figura 19</b> - Microscópio ótico. ....	12



## ÍNDICE DE TABELAS

<b>Tabela 1</b> - Cada grupo de adesivo utilizado, fabricante, sua composição, Lote e validade.....	11
<b>Tabela 2</b> - Teste de normalidade da $\mu$ TBS, em MPa, dos dois grupos testados ( $p>0,05$ ). .....	13
<b>Tabela 3</b> - Teste da homogeneidade da variância da $\mu$ TBS, em MPa. Como $p>0,05$ existe homogeneidade de variâncias.....	13
<b>Tabela 4</b> - Palitos obtidos, descolados e tracionados de cada grupo de adesivo. ....	14
<b>Tabela 5</b> - Número de palitos (n), média, desvio-padrão, valor mínimo e máximo da força de resistência à microtração (MPa) de cada grupo de adesivo.....	14
<b>Tabela 6</b> - Teste t para amostras independentes. ....	15
<b>Tabela 7</b> - Distribuição e frequência do tipo de fratura de cada grupo de adesivo, em numérico e % (A – adesiva; M – mista; CED – coesiva de esmalte ou dentina; CC – coesiva de compósito). ....	16
<b>Tabela 8</b> - Valores médios de forças de adesão e desvio padrão, em MPa, obtidos em 5 estudos, comparativamente aos resultados obtidos no presente estudo.....	21
<b>Tabela 9</b> - Palitos obtidos, descolados e tracionados de cada dente de cada grupo de adesivo.....	XII



## ÍNDICE DE GRÁFICOS

<b>Gráfico 1</b> - % de palitos tracionados e descolados de cada grupo de adesivo.....	14
<b>Gráfico 2</b> - Diagrama de extremos e quartis das forças de resistência à microtração (MPa) dos dois grupos testados. ....	15
<b>Gráfico 3</b> - Tipos de fratura de cada grupo de adesivo em % (A – adesiva; M – mista; CED – coesiva de esmalte ou dentina; CC – coesiva de compósito). ....	16





## ÍNDICE DE ABREVIATURAS

- ❖ ® – marca registada
- ❖ % – percentagem
- ❖ *et al.* – *Et alli*
- ❖ 10-MDP – 10-metacrilóiloxi-decil-trimelitato-anidro
- ❖ 4-META – 4metacrilóiloxi-decil-trimelitato-anidro
- ❖ Fenil-P – 2-metacrilóiloxi-etil-fenil-hidrogenofosfato
- ❖ Bis-GMA – bisfenol-A-glicidilmetacrilato
- ❖ HEMA – 2-hidroxietil metacrilato
- ❖ cm – centímetros
- ❖ ER – *etch-and-rinse*
- ❖ SE – *self-etch*
- ❖ mm – milímetros
- ❖ mm/min – milímetros por minutos
- ❖ mm<sup>2</sup> – milímetros quadrados
- ❖ mW/cm<sup>2</sup> – miliWatt por centímetro quadrado
- ❖ MPa – MegaPascal
- ❖ *p* – *p value*
- ❖ CSE – Clearfil SE Bond
- ❖ SBU – Scotchbond Universal
- ❖ SBU MFR SE – Adesivo Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) aplicado no modo *self-etch*, segundo as instruções do fabricante
- ❖ CL MFR SE – Adesivo Clearfil SE Bond (Kurakay, Okayama, Japan) aplicado no modo *self-etch*, segundo as instruções do fabricante
- ❖ SPSS – *Statistical Package for Social Sciences*
- ❖ pH – potencial de Hidrogénio
- ❖ μTBS – microtensile bond strenght



## INTRODUÇÃO

### 1. Adesão ao Esmalte

A obtenção de uma adaptação íntima entre o material restaurador e o substrato dentário é diferente no esmalte e na dentina, devido às diferenças estruturais entre estes dois tecidos. A dentina é um substrato mais húmido e com maior percentagem de matéria orgânica que o esmalte. Enquanto o esmalte é constituído por 96% de hidroxiapatite, a dentina contém maior quantidade de água e matéria orgânica, maioritariamente colagénio tipo I, o que dificulta e torna menos previsível o processo de adesão à dentina (Pashley *et al.*, 1995a).

A superfície de esmalte é plana, sem qualquer mecanismo de retenção, apresenta baixo molhamento e baixa energia de superfície, sendo considerada, se não for realizado qualquer tratamento prévio da sua superfície, um substrato ineficaz para adesão (Cardoso *et al.*, 2001).

A aplicação de ácido no esmalte, proposta por Buonocore (Buonocore, 1955), melhora a molhabilidade, aumenta a área de superfície e remove cerca de 10µm da superfície de esmalte, originando uma superfície porosa com 5 a 50 µm de profundidade (micro retenções). Esta superfície pode ser infiltrada por uma resina que, através do processo de hibridização, forma uma retenção micromecânica com o esmalte (Gwinnett, 1971; Gwinnett, 1981; Nakabayashi *et al.*, 1982; Van Meerbeek *et al.*, 2003). Esta infiltração resulta em dois prolongamentos de resina: *macro tags* e *micro tags*. Pensa-se que os *micro tags*, ou seja, os prolongamentos que resultam da infiltração e polimerização da resina no interior dos núcleos dos prismas de esmalte desmineralizado, sejam os principais responsáveis pela retenção no esmalte (Van Meerbeek *et al.*, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

### 2. Sistemas Adesivos Amelodentinários

A tecnologia adesiva tem evoluído rapidamente desde a sua introdução há mais de cinquenta anos (Van Meerbeek *et al.*, 2011). Esta técnica apresenta um papel essencial nos procedimentos dentários preventivos e de restauração e, durante muitos anos, o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico foi o pilar de todo o procedimento adesivo (De Munck *et al.*, 2005a).

O grande desafio para os sistemas adesivos amelodentinários é providenciar uma adesão igualmente eficaz a dois tecidos de diferente natureza (esmalte e dentina) (Van Meerbeek *et al.*, 2011). O princípio fundamental da adesão baseia-se num processo de troca no qual a porção mineralizada da estrutura dentária é substituída por monómeros de resina. Estes monómeros difundem-se, por um mecanismo de capilaridade e, após a polimerização, tornam-se micromecanicamente interligados às porosidades criadas pelo condicionamento ácido – este processo é designado por hibridização (Nakabayashi *et al.*, 1982; Van Meerbeek *et al.*, 2003). A adesão ao esmalte demonstra-se duradoura. Atualmente, a aplicação dos sistemas adesivos é frequentemente considerada uma técnica sensível que, com o mínimo erro no procedimento de aplicação, pode resultar numa rápida perda da adesão e precoce degradação marginal (Van Meerbeek *et al.*, 2011). Como consequência, a elevada demanda por sistemas adesivos mais simples, mais *user-friendly* e menor sensibilidade da técnica, incentiva os fabricantes a desenvolver rapidamente novos sistemas adesivos.

### 3. Classificação dos Sistemas Adesivos Amelodentinários

Durante as últimas décadas, foram sugeridas diversas classificações para os sistemas adesivos amelodentinários. A classificação atualmente aceite baseia-se na interação dos sistemas adesivos com a *smear layer* produzida durante a preparação da cavidade (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Van Meerbeek *et al.*, 2005). Assim, os sistemas adesivos podem ser classificados como *etch-and-rinse* (ou de condicionamento total) e *self-etch* (*etch-and-dry* ou de autocondicionamento). Na técnica *etch-and-rinse* (ER) a *smear layer* é removida e a superfície dentária é desmineralizada através da aplicação de ácido ortofosfórico. Este ácido é, posteriormente, lavado com água. Na técnica *self-etch* (SE), é aplicado um *primer* ácido, que permeabiliza a *smear layer* incorporando-a na interface adesiva. O substrato é seco através de um jato de ar (Van Meerbeek *et al.*, 2001; Tay e Pashley, 2002; Van Meerbeek *et al.*, 2003; Perdigão, 2007; Coelho *et al.*, 2012).

Os sistemas ER podem ser de três ou de dois passos, e os SE podem apresentar-se como dois ou apenas um passo (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Cardoso *et al.*, 2011).

### 3.1. Sistemas Adesivos *self-etch*

Na técnica SE não se realiza a aplicação prévia de um gel de ácido fosfórico no substrato dentário, nem se procede à sua posterior lavagem. (Tay *et al.*, 2002a; Tay *et al.*, 2002b). Os adesivos SE não requerem o condicionamento ácido uma vez que apresentam na sua constituição monómeros funcionais acídicos, dissolvidos numa solução aquosa, que simultaneamente desmineralizam e envolvem o substrato dentário (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a; Peumans *et al.*, 2005). A evolução dos sistemas adesivos SE levantou a possibilidade de incorporar a *smear layer* na camada híbrida (Watanabe *et al.*, 1990; Tay e Pashley, 2001).

Esta abordagem SE apresenta diversas vantagens, como a diminuição do tempo de aplicação clínica e a redução significativa da sensibilidade da técnica, ou seja, diminui o risco de introduzir erros durante a sua manipulação. Outra vantagem importante é a simultaneidade da ocorrência do procedimento de desmineralização e infiltração da resina no substrato dentário. Isto diminui o risco de discrepâncias entre os dois processos, ou seja, evita o colapso das fibras de colagénio após a desmineralização (Tay *et al.*, 2002a; Tay *et al.*, 2002b; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Os sistemas SE diferem entre si de acordo com a composição dos monómeros adesivos acidificados, conteúdo em água e valor de pH (acidez) (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Coelho *et al.*, 2012). Assim, os sistemas adesivos SE podem ser classificados, segundo o pH da solução adesiva em sistemas de acidez forte ( $\text{pH} \leq 1$ ), intermédia (pH entre 1-2) e suave ( $\text{pH} > 2$ ) (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Cardoso *et al.*, 2011; Van Meerbeek *et al.*, 2011). O padrão de desmineralização gerado pelos adesivos SE é muito heterogéneo, variando sobretudo em função do pH de cada sistema em específico. Os SE de acidez forte produzem uma desmineralização acentuada, quer no esmalte quer na dentina, assemelhando-se à ação do condicionamento pelo ácido fosfórico dos adesivos ER. Por outro lado, adesivos SE de acidez suave desmineralizam a dentina parcialmente, deixando uma quantidade substancial de cristais de hidroxiapatite em torno das fibras de colagénio, produzindo uma camada híbrida muito fina (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005b; Koshiro *et al.*, 2006).

O mecanismo principal de adesão dos adesivos SE assenta na retenção micromecânica (Van Meerbeek *et al.*, 2001). Contudo foi necessário introduzir um mecanismo adicional de retenção química nos adesivos SE de pH mais elevado de modo

a melhorar a sua *performance* adesiva (Yoshida *et al.*, 2004; Peumans *et al.*, 2005). A retenção micromecânica confere resistência a forças elevadas no sentido da separação das superfícies aderidas, através da criação de microporosidades que permitem a retenção da resina adesiva; a retenção química pode proporcionar maior resistência à degradação hidrolítica através da presença de monómeros funcionais, tais como o 4-META, o fenil-P e o 10-MDP, que apresentam a capacidade de se ligarem quimicamente, por ligações iônicas, ao cálcio de hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2000; De Munck *et al.*, 2005a; Latta e Naughton, 2005; Moszner *et al.*, 2005; Stangel *et al.*, 2007). O monómero 10-MDP parece ser o mais eficaz em relação aos demais monómeros funcionais devido à eficiência e estabilidade, em solução aquosa, do sal formado após a ligação química (Ca-10-MDP) (Sano *et al.*, 1999; Yoshida *et al.*, 2004).

Os sistemas adesivos SE podem se apresentar como sistemas de dois passos ou *self-etching primers* e sistemas adesivos de um passo (*self-etching adhesives* ou *all-in-one*). Os *self-etching primers* reúnem na mesma solução o condicionamento ácido e o *primer*, necessitando de uma aplicação separada da resina adesiva, enquanto os *self-etching adhesives* combinam na mesma solução o *primer* acidificado e o adesivo (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a; Moszner *et al.*, 2005; Peumans *et al.*, 2005). Os sistemas adesivos *all-in-one* são apresentados atualmente como o protocolo adesivo mais simplificado uma vez que combina todos os passos clínicos num único passo de aplicação (Van Meerbeek *et al.*, 2003; Cardoso *et al.*, 2011; Coelho *et al.*, 2012). No entanto, questiona-se a sua eficácia de adesão a curto e longo prazo (Buonocore *et al.*, 1968; Hannig *et al.*, 2002). Estes sistemas adesivos demonstraram resultados promissores na adesão imediata (De Munck *et al.*, 2003) contudo, a sua eficácia a longo prazo é inferior, em particular quando comparada com a técnica ER de três passos (Breschi *et al.*, 2008; De Munck *et al.*, 2012; Marchesi *et al.*, 2014). Vários estudos *in vitro* reportaram baixas forças de adesão aquando a aplicação dos sistemas adesivos *all-in-one* no esmalte (Tay *et al.*, 2002a; Van Meerbeek *et al.*, 2003; Goracci *et al.*, 2004; De Munck *et al.*, 2005b).

#### 4. Teste de força de adesão

A crescente diversidade de materiais adesivos atribuiu uma elevada importância aos testes laboratoriais *in vitro*. Estes testes podem avaliar o efeito de uma única variável, mantendo as outras variáveis constantes (Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Atualmente podem ser utilizadas diversas metodologias de modo a avaliar a força de adesão dos sistemas adesivos ao substrato dentário, sendo os testes laboratoriais de tração os mais usualmente utilizados (Ferrari *et al.*, 2002).

Sano *et al.*, desenvolveu o teste de microtração ( $\mu$ TBS) (Sano *et al.*, 1994). Este teste consiste na aplicação de uma carga mecânica numa pequena área de superfície adesiva, a uma velocidade estipulada, de modo a obter uma força de tensão que vai originar a fratura do espécimen, essencialmente na área adesiva. Está demonstrado que testes que utilizam espécimes com áreas mais pequenas ( $\leq 1\text{mm}^2$ ) estão associadas a forças de adesão superiores (Sano *et al.*, 1994; Pashley *et al.*, 1995b; Roberson *et al.*, 2006). Segundo Poitevin e seus colaboradores, os palitos com este valor de área são facilmente manipuláveis, padronizados e preservam uma distribuição uniforme do *stress* (Poitevin *et al.*, 2008). Devido à forte influência deste parâmetro na força de adesão, é importante que todos os palitos da amostra apresentem homogeneidade nos valores de área (Sano *et al.*, 1994; Pashley *et al.*, 1999).

As vantagens dos testes de microtração incluem: facilidade na recolha da amostra; obtenção de mais fraturas adesivas com valores elevados; possibilidade de cálculo da média e desvio-padrão das forças adesivas de um só dente (uma vez que, de cada dente se obtêm múltiplos espécimes com valores de área similares); capacidade de avaliar a adesão em superfícies irregulares e com áreas muito reduzidas. No entanto, este tipo de teste apresenta algumas desvantagens, tais como: elevada exigência técnica; trabalho laboratorial árduo; necessidade de equipamento especial; dificuldade na medição de forças adesivas  $< 5$  MPa; espécimes com áreas muito pequenas podem desidratar e danificar-se mais facilmente (Pashley *et al.*, 1995b; Ferrari *et al.*, 2002; Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a; Armstrong *et al.*, 2010).

Existem diversos protocolos utilizados mundialmente para preparação dos palitos para o teste de microtração, podendo estes ser *trimmed* ou *non-trimmed*. Os espécimes *non-trimmed* são mais fáceis e rápidos de preparar e são menos dependentes da experiência do operador, uma vez que após o corte dos palitos, estes são utilizados diretamente na máquina de teste universal (Sarr *et al.*, 2010a; Van Meerbeek *et al.*, 2010). O *trimming* dos espécimes na interface, de modo a obter palitos em forma de ampulheta, permite uma melhor concentração do *stress* na interface, mas envolve um procedimento mais invasivo. Quando este procedimento não é realizado com cuidado podem ser facilmente introduzidos defeitos na interface, permitindo assim

a introdução de fissuras que se propagam durante a aplicação da força de tração sobre o espécime, podendo a fratura precoce da interface apresentar valores inferiores de força adesiva (Sadek *et al.*, 2006).

## 5. Sistemas Adesivos Universais

Recentemente foram introduzidos no mercado os sistemas universais ou “*multi-mode*”. Baseado na sua especial composição e de acordo com as instruções do fabricante, estes novos sistemas permitem que o médico dentista decida a técnica de adesão a utilizar, recorrendo a versões simplificadas dos sistemas existentes: ER de dois passos, SE de um passo ou um condicionamento seletivo do esmalte (Hanabusa *et al.*, 2012; Perdigão *et al.*, 2012; Mena-Serrano *et al.*, 2013; Muñoz *et al.*, 2013; Perdigão *et al.*, 2013; Muñoz *et al.*, 2014). Quando estes sistemas adesivos são aplicados no modo ER, a força adesiva advém das retenções micromecânicas; pela abordagem SE, a adesão química demonstra uma elevada importância, uma vez que estes sistemas adesivos universais contêm o monómero funcional 10-MDP, que adere ionicamente com a hidroxiapatite, através do processo de *nanolayering* (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005a; Yoshihara *et al.*, 2010). Devido à versatilidade destes novos sistemas adesivos, o clínico pode adaptar o modo de aplicação à situação clínica (Muñoz *et al.*, 2013).

A literatura sobre o desempenho laboratorial e clínico dos sistemas adesivos universais ainda é escassa, particularmente no que se refere à sua utilização em esmalte. É necessária mais investigação *in vitro* e estudos clínicos que validem a eficácia destes novos sistemas adesivos, segundo os diferentes modos de aplicação propostos pelos fabricantes.

Devido a este facto, o objetivo deste estudo é comparar a força de adesão imediata, em esmalte, avaliada através do teste de microtração, do adesivo Clearfil SE Bond (CSE) com o adesivo Scotchbond Universal (SBU), pela técnica *self-etch*, ambos segundo as instruções do fabricante.

A hipótese nula testada é: não existem diferenças estatisticamente significativas entre as forças de adesão do Clearfil SE Bond e do Scotchbond Universal, pela técnica *self-etch*, quando aplicados em esmalte, segundo as instruções do fabricante.



## MATERIAIS E MÉTODOS

### 1. Tipo de estudo

Estudo experimental *in vitro*, com o objetivo de avaliar, através do teste de microtração, o efeito das técnicas *self-etch* nas forças de adesão ao esmalte do adesivo Scotchbond Universal e Clearfil SE Bond.

### 2. Desenho de estudo

Foi utilizada uma amostra composta por 8 terceiros molares humanos, intactos e sem evidência macroscópica de lesões de cárie ou restaurações. Os dentes foram divididos aleatoriamente em dois grupos, cada um com quatro dentes. Os dentes foram limpos de tecidos aderentes e sangue em água corrente, sendo, de seguida, armazenados numa solução de Cloramina T a 0,5% (Sigma Chemical Co., St Louis, MO, USA) a uma temperatura de 4°C, durante uma semana. Posteriormente, os dentes foram armazenados em água destilada a uma temperatura de 4°C, de acordo com as normas de ISO/TR 11405, por um período inferior a três meses após exodontia (ISO/TS 11405:2003).

### 3. Preparação dos dentes

Os dentes foram unidos, paralelamente ao seu maior eixo, a suportes de acrílico com cera colante (Figura 1). Cortaram-se as raízes dentárias 2 mm abaixo da junção amelo-cementária (Figura 2) com um disco de diamante (Diamond Wafering Blade – 10,2cm\*0,3mm – Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA; Figura 3), a baixa rotação, num micrótopo de tecidos duros (Isomet™ 1000, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA; Figura 4) e sob refrigeração com água.



**Figura 1** - Dente colado ao suporte acrílico com cera colante.



**Figura 2** - Primeiro corte a 2mm da junção amelo-cementária.



**Figura 3** - Disco de Diamante.



**Figura 4** - Micrótomo de tecidos duros.

O tecido pulpar foi removido da câmara com uma cureta de dentina (Figura 5). As coroas foram coladas aos suportes de acrílico pela face pulpar (Figura 6).

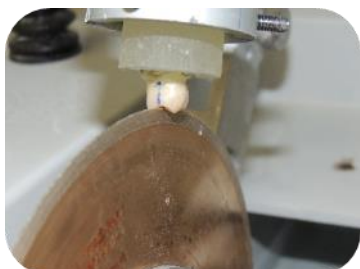


**Figura 5** - Remoção do tecido pulpar com cureta de dentina.



**Figura 6** - Coroa colada ao suporte de acrílico com cera colante.

Com o mesmo disco de diamante a baixa rotação e sob refrigeração com água, cortaram-se as superfícies coronárias do dente no sentido mesio-distal, paralelo ao maior eixo do dente, de modo a obter dois segmentos de coroa por dente (Figura 7). Cada segmento de coroa foi unido ao suporte de acrílico com cola de cianoacrilato (737 Black Magic Toughened adhesive, Permabond, Hampshire, UK), pela superfície de corte pulpar (Figura 8). A área de adesão foi demarcada na zona mais plana da superfície vestibular e lingual.



**Figura 7** - Segundo corte da coroa no sentido mesio-distal.



**Figura 8** - Cada segmento de coroa colado ao suporte acrílico por cola de cianoacrilato.

Com o objetivo de criar uma *smear layer* uniforme, semelhante à obtida em situações clínicas, a área de adesão foi preparada com uma broca diamantada montada em turbina, sob refrigeração com água, durante 5 segundos. Este procedimento foi executado sempre pelo mesmo operador.

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

Os segmentos de coroa foram mantidos em água destilada até ao momento da aplicação do adesivo e sua restauração (tempo máximo de 24h). Os 16 segmentos de coroa foram distribuídos aleatoriamente em dois grupos de adesivos (8 segmentos por cada adesivo). O procedimento de aplicação do sistema adesivo foi realizado sempre pelo mesmo operador, aleatoriamente, do seguinte modo:

Grupo A: Scotchbond Universal segundo instruções do fabricante – técnica *self-etch* em esmalte (SBU MFR SE) (Figura 9):

1. A superfície dentária (esmalte) foi seca com jato de ar, sem dessecar.
2. O adesivo foi aplicado em todo o substrato dentário (esmalte), usando um aplicador descartável, friccionando durante 20 segundos.
3. Foi aplicado um jato de ar leve sobre o líquido, até que este deixasse de evidenciar movimento, de modo a permitir a completa evaporação do solvente. O jato foi inicialmente aplicado a uma distância de cerca de 10 cm e a baixa pressão, tendo esta sido aumentada gradualmente à medida que se diminuiu a distância, até perto de 1-2 mm da superfície.
4. O adesivo foi polimerizado, durante 10 segundos, a uma distância de 1-2 mm da superfície, com um fotopolimerizador (ELIPAR S10, 3M ESPE Seefeld, Germany).

Grupo B: Clearfil SE Bond segundo instruções do fabricante – técnica *self-etch* em esmalte (CL MFR SE) (Figura 10):

1. A superfície dentária (esmalte) foi seca com um jato de ar, sem dessecar.
2. O *primer* foi aplicado em todo o substrato dentário (esmalte), usando um aplicador descartável, e aguardou-se 20 segundos.
3. Após o condicionamento da superfície dentária, foi aplicado um jato de ar leve sobre o líquido, até que este deixasse de evidenciar movimento,

de modo a permitir a completa evaporação do solvente. O jato foi inicialmente aplicado a uma distância de cerca de 10 cm e a baixa pressão, tendo esta sido aumentada gradualmente à medida que se diminuiu a distância, até perto de 1-2 mm da superfície.

4. O adesivo foi aplicado em todo o substrato dentário (esmalte) com um aplicador descartável, deixando uma camada fina e uniforme de adesivo. Removeu-se o excesso com o mesmo aplicador e utilizou-se um suave jato de ar.
5. O adesivo foi polimerizado, durante 10 segundos, a uma distância de 1-2 mm da superfície, com o mesmo fotopolimerizador.



Figura 9 - Adesivo Scotchbond Universal.



Figura 10 - Adesivo Clearfil SE Bond.

Posteriormente, foi aplicada, em todas as amostras, resina composta ENAMEL plus HRi, cor UD4 (Micerium S.p.A. Avegno GE Italy; Figura 11), em três camadas de aproximadamente 2 mm cada e, fotopolimerizadas por 20 segundos (segundo instruções do fabricante), até perfazer uma altura de aproximadamente 6 mm (Figura 12). Foi realizada uma fotopolimerização adicional nas faces mesial, distal, vestibular e lingual por mais 10 segundos cada (Figura 13). A intensidade da luz do fotopolimerizador foi controlada periodicamente, utilizando um radiómetro (Curing Radiometer P/N 10503, USA), para um valor mínimo de 600 mW/cm<sup>2</sup>.



Figura 11 - Resina composta ENAMEL plus HRi, cor UD4.

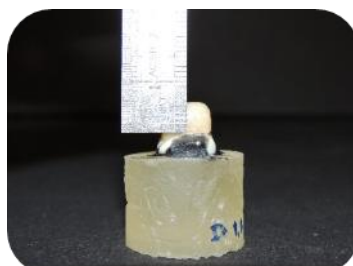


Figura 12 - Build-up de resina composta (6mm).



Figura 13 - Polimerização da resina composta com fotopolimerizador LED.



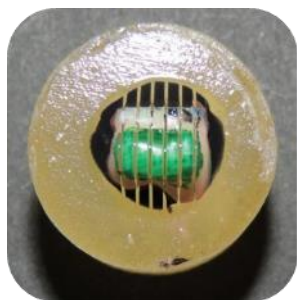
Material	Fabricante	Composição	Lote e validade
Adesivo Clearfil SE Bond	Kurakay, Okayama, Japan	 Primer: 10-MDP, HEMA, dimetacrilato alifático hidrofóbico, dl-canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidina, água.	Lote: 200022 Validade: 2015/07
		 Bond: 10-MDP, Bis-GMA, HEMA, dimetacrilato alifático hidrofóbico, dl-canforoquinona, N,N-Dietanol-p-toluidina, sílica coloidal	Lote: 2T0039 Validade: 2015/07
Adesivo Scotchbond Universal	3M ESPE, St. Paul, MN, USA	10-MDP, resinas de dimetacrilato, HEMA, co-polímero de ácido polialquenóico modificado por metacrilato, partículas de carga, etanol, água, iniciadores, silano	Lote: 540368 Validade: 2015/12
Compósito Enamel plus HRi UD4	Micerium S.p.A. Avegno (GE) Italy	Dimetacrilatos, vidro de bário, trifluoreto de itérbio, óxidos mistos, pré-polímeros, aditivos, catalisadores, estabilizadores, pigmentos.	Lote: 2012000921 Validade: 2018/12

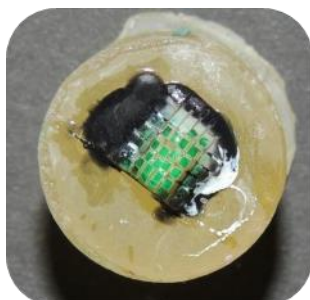
Tabela 1 - Cada grupo de adesivo utilizado, fabricante, sua composição, Lote e validade.

## 5. Preparação dos espécimes para o teste de microtração

Todas as amostras foram pintadas exteriormente com tinta à prova de água de diferentes cores e armazenados em água destilada numa estufa de incubação a 37°C, por 24 horas. Posteriormente, os dentes foram seccionados longitudinalmente, segundo o eixo do “x” e do “y”, com um disco de diamante (Diamond Wafering Blade – 10,2 cm\*0,3 mm – Series 15HC, Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA), a baixa rotação e sob refrigeração com água, num micrótomo de tecidos duros, de modo a obter palitos com uma área de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> (Figura 14 e Figura 15). O corte final foi realizado tangencialmente à cola de cianoacrilato, de modo a separar os palitos do suporte de acrílico (Figura 16). Registaram-se os palitos descolados, ou seja, aqueles que se separaram na interface adesiva durante o procedimento de corte. Os palitos obtidos foram mantidos em água destilada, por um período máximo de 24 horas, até à realização do teste de microtração.



**Figura 14** - Primeiros cortes longitudinais no eixo x.



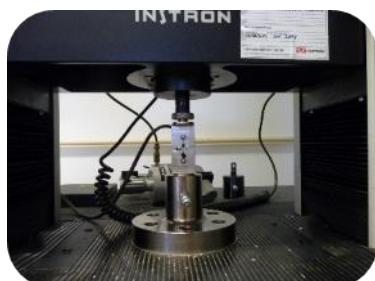
**Figura 15** - Primeiros cortes longitudinais no eixo y.



**Figura 16** - Palitos obtidos após corte final.

## 6. Teste de microtração

Cada palito foi colado individualmente a um Jig de Geraldelli adaptado, com cola de cianoacrilato (Figura 18) e posteriormente foi submetido a uma força de tração, numa máquina de teste universal (Instron, 4500), com uma célula de carga de 1 KN, a uma velocidade de 1 mm/minuto até ocorrer fratura (Figura 17). Mediu-se a seção de cada espécimen com uma craveira digital (Ficher Darex<sup>®</sup>, France) e calculou-se a área em mm<sup>2</sup>. Todas as fraturas foram observadas ao microscópio ótico (Nikon, Japan; Figura 19), sempre pelo mesmo operador, com uma ampliação de 10X, para serem caracterizadas (adesiva, coesiva ou mista). Quando a fratura ocorreu na interface esmalte/resina, a falha foi designada adesiva (A). Falhas coesivas tanto podem ser coesivas de esmalte/dentina ou coesivas de compósito. Quando ocorridas no esmalte, dentina ou união amelodentinária, foram denominadas de coesivas de esmalte ou dentina (CED) e quando ocorridas na resina composta tomaram a designação de coesivas de compósito (CC). Por último, falhas que atingissem tanto a interface esmalte/resina, como a estrutura dentária ou resina, foram classificadas como mistas (M).



**Figura 17** - Jig de Geraldeli na máquina de teste universal.



**Figura 18** - Palito colado no Jig de Geraldeli com cola de cianoacrilato



**Figura 19** - Microscópio ótico.

## 7. Análise estatística

A análise estatística dos resultados foi realizada através do programa de *software* SPSS 19.0 para Windows (SPSS Inc. Chicago IL, USA). Foi utilizado o teste paramétrico emparelhado *t-test* para amostras independentes, para um grau de confiança de 95% de modo a verificar a existência de diferenças estatisticamente significativas entre os dois grupos de adesivos analisados. Foram usados os testes de Kolmogorov-Smirnov e Shapiro-Wilk de modo a verificar a suposição da normalidade dos dados da amostra (Tabela 2). A homogeneidade da variância foi analisada pelo teste de Levene (Tabela 3). Os palitos descolados não foram incluídos na análise estatística (Eckert e Platt, 2007; Mine *et al.*, 2009; Sarr *et al.*, 2010b).

Grupo		Kolmogorov-Smirnov			Shapiro-Wilk		
		Statistic	df	Sig	Statistic	df	Sig
MPa	SBU MFR SE	0,175	38	0,05	0,766	38	0,000
	CL MFR SE	0,089	57	0,200	0,968	57	0,138

Tabela 2 - Teste de normalidade da  $\mu$ TBS, em MPa, dos dois grupos testados ( $p > 0,05$ ).

	Levene's Test	
	F	Sig
Equal variances assumed	0,196	0,659
Equal variances not assumed		

Tabela 3 - Teste da homogeneidade da variância da  $\mu$ TBS, em MPa. Como  $p > 0,05$  existe homogeneidade de variâncias.

## RESULTADOS

Foram submetidos ao teste de microtração um total de 97 palitos. O número de palitos obtidos, descolados e tracionados, em função de cada grupo de adesivo são apresentados na Tabela 4 e Gráfico 1.

Grupo	Palitos obtidos	Palitos descolados	Palitos tracionados
SBU MFR SE	47	9	38
CL MFR SE	58	1	57

Tabela 4 - Palitos obtidos, descolados e tracionados de cada grupo de adesivo.

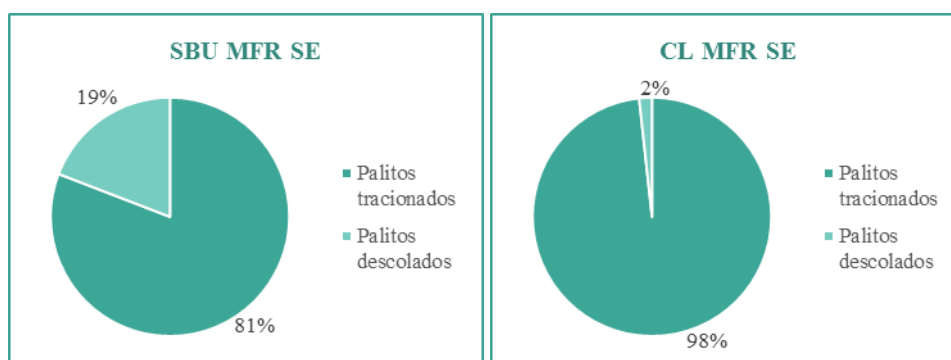


Gráfico 1 - % de palitos tracionados e descolados de cada grupo de adesivo.

Os valores mínimos, máximos e médios obtidos no teste de microtração (em MPa), de cada grupo, são apresentados na Tabela 5, bem como os valores de desvio-padrão.

	Grupo	n	Média	Desvio-padrão	Valor mínimo	Valor máximo
MPa	SBU MFR SE	38	16,62	±12,25	0,51	31,9
	CL MFR SE	57	16,95	±8,16	0,26	34,01

Tabela 5 - Número de palitos (n), média, desvio-padrão, valor mínimo e máximo da força de resistência à microtração (MPa) de cada grupo de adesivo.



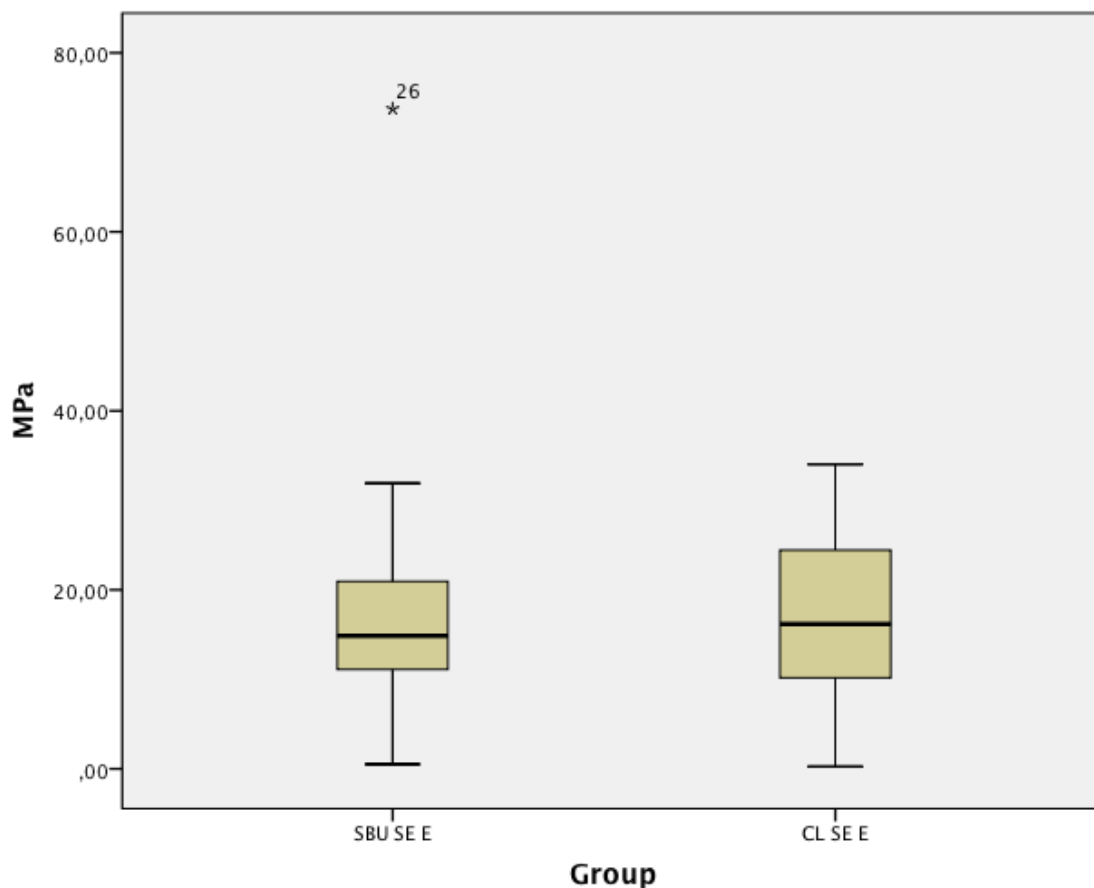


Gráfico 2 - Diagrama de extremos e quartis das forças de resistência à microtração (MPa) dos dois grupos testados.

Após verificar a normalidade dos dados da amostra e a homogeneidade de variâncias, os dados da amostra foram analisados utilizando o teste t para amostras independentes (Tabela 6). Foi revelado, por este teste, que não existem diferenças estatisticamente significantes entre os dois grupos testados ( $p > 0,05$ ).

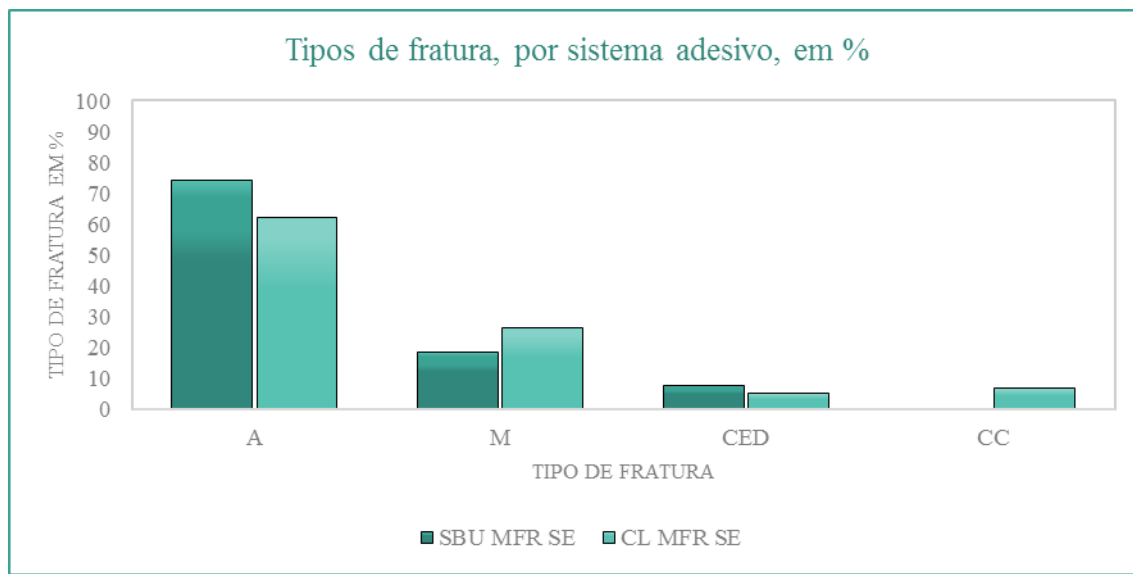
	t-test for Equality of Means			
	t	df	Sig. (2-tailed)	Mean Difference
Equal variances assumed	-0,161	93	0,872	-33,718
Equal variances not assumed	-0,149	58,738	0,882	-33,718

Tabela 6 - Teste t para amostras independentes.

Na Tabela 7 e Gráfico 3 é apresentada a distribuição numérica e percentual dos tipos de falha pelos grupos de teste. A análise do tipo de fratura revelou que o padrão de fratura predominante, em ambos os grupos de teste, foi a adesiva (74% no grupo SBU MFR SE e 62% no grupo CL MFR SE).

Grupo	Tipo de fratura							
	A		M		CED		CC	
	n	%	n	%	n	%	n	%
SBU MFR SE	28	74	7	18	3	8	0	0
CL MFR SE	35	62	15	26	3	5	4	7

**Tabela 7** - Distribuição e frequência do tipo de fratura de cada grupo de adesivo, em numérico e % (A – adesiva; M – mista; CED – coesiva de esmalte ou dentina; CC – coesiva de compósito).



**Gráfico 3** - Tipos de fratura de cada grupo de adesivo em % (A – adesiva; M – mista; CED – coesiva de esmalte ou dentina; CC – coesiva de compósito).

## DISCUSSÃO

Os sistemas adesivos universais representam a última geração de adesivos no mercado. Estes sistemas foram produzidos segundo o conceito “*all-in-one*”, à semelhança de sistemas SE de um passo, mas incorporam uma versatilidade de adaptação à situação clínica, através da sua aplicação por diferentes técnicas, ou seja, pelo modo ER ou SE (Wagner *et al.*, 2014). O adesivo SBU faz parte desta nova família de sistemas adesivos.

No presente estudo, comparámos a força de adesão produzida em esmalte, avaliada através do teste de microtração, do adesivo SBU, segundo a técnica SE, com o adesivo CSE, ambos segundo as instruções do fabricante.

Após o trabalho experimental e análise estatística dos dados, verificou-se que o CL MFR SE apresentava valores médios similares de força de adesão ( $16,95 \pm 8,16$ ) aos do SBU MFR SE ( $16,62 \pm 12,25$ ). Logo, não existem diferenças estatisticamente significativas nas forças de adesão entre os dois adesivos, uma vez que  $p > 0,05$ . Assim sendo, a hipótese nula não foi rejeitada. Os resultados deste trabalho estão em conformidade com um estudo recente similar (de Goes *et al.*, 2014). Parece que os valores de força de adesão, em esmalte, são semelhantes quando utilizado um sistema adesivo SE de dois passos ou um sistema adesivo universal, utilizado segundo uma estratégia SE de um passo.

O CSE é considerado atualmente o *gold standard* dos adesivos SE devido à sua elevada eficácia de adesão ao substrato dentário *in vitro* (De Munck *et al.*, 2005a; Van Landuyt *et al.*, 2006; Brackett *et al.*, 2008; Perdigão *et al.*, 2008; Van Landuyt *et al.*, 2009) e *in vivo* (Turkun, 2003; Loguercio *et al.*, 2007; Peumans *et al.*, 2007; Peumans *et al.*, 2010). Esta elevada eficácia do CSE deve-se à adesão química providenciada pelo monómero funcional 10-MDP, existente no *primer*, combinada com as excelentes propriedades mecânicas e taxa de conversão elevada da resina hidrofóbica (Ikeda *et al.*, 2005; Sadek *et al.*, 2008).

Segundo o trabalho de Turkun, a taxa de retenção do adesivo CSE, ao fim de dois anos, é de 93% (Turkun, 2003).

Peumans *et al.* avaliaram o desempenho clínico do CSE, com ou sem condicionamento ácido prévio seletivo das margens de esmalte das cavidades preparadas. Após 5 anos, a taxa de retenção das restaurações com condicionamento prévio foi de 100%, já nas cavidades sem esse condicionamento ácido foi de 98%

(Peumans *et al.*, 2007). Após 8 anos, a taxa de retenção para ambos os grupos foi de 97% (Peumans *et al.*, 2010).

O mecanismo principal de adesão dos adesivos SE no esmalte assenta na retenção micromecânica (Van Meerbeek *et al.*, 2001). O padrão de desmineralização gerado pelos sistemas adesivos SE é muito heterogêneo, variando sobretudo em função do pH (Perdigão *et al.*, 1997; Kanemura *et al.*, 1999; Perdigão e Geraldini, 2003). O CSE e o SBU são sistemas adesivos de acidez suave (pH 2 e 2,7 respetivamente) que desmineralizam a dentina parcialmente (profundidade de desmineralização inferior a 1µm), deixando uma quantidade substancial de cristais de hidroxiapatite em torno das fibras de colagénio (Van Meerbeek *et al.*, 2003; De Munck *et al.*, 2005b; Koshiro *et al.*, 2006). No esmalte, os adesivos SE de acidez suave apresentam uma capacidade de desmineralização insuficiente, provocando uma deficiente penetração da resina adesiva nas microporosidades produzidas, levando à formação de *resin tags* mais curtas e estruturalmente menos definidas, potencialmente comprometendo a retenção micromecânica (Kanemura *et al.*, 1999; Miyazaki *et al.*, 2000; Mine *et al.*, 2010). Assim, a similaridade na acidez destes adesivos e conseqüente padrão de desmineralização pode explicar os valores de adesão semelhantes.

Tanto o SBU como o CSE utilizam 10-MDP como monómero funcional (Mena-Serrano *et al.*, 2013) que, através dos seus grupos fosfato, liga-se quimicamente ao cálcio da hidroxiapatite, formando uma estrutura em camadas na sua superfície, num processo designado de *nanolayering* (Yoshida *et al.*, 2004; Yoshida *et al.*, 2012). Assim, os sistemas adesivos que contêm este monómero funcional formam nanocamadas na interface adesiva, nas quais os iões de cálcio, libertados pela dissolução parcial da hidroxiapatite, se ligam ao 10-MDP, formando uma estrutura de Ca-10-MDP estável e hidrofóbica (Van Landuyt *et al.*, 2006; Yoshida *et al.*, 2012; de Goes *et al.*, 2014). Apesar do SBU conter uma menor quantidade de 10-MDP quando comparado com o CSE, ele possui o polímero de ácido polialquênico, que foi inicialmente utilizado na composição do Vitrebond (3M ESPE) (Mena-Serrano *et al.*, 2013). Mais de 50% dos grupos carboxilo do ácido polialquênico podem, numa reação ácido-base, substituir os iões fosfato do substrato e formar ligações iónicas com o cálcio da hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2000; Mitra *et al.*, 2009; Li *et al.*, 2013). No SBU, o monómero funcional 10-MDP e o polímero de ácido polialquênico podem competir

pela ligação ao cálcio da hidroxiapatite (Yoshida *et al.*, 2012). Este facto pode também explicar a similaridade nos valores de força de adesão do CSE e SBU, apesar da diferença na sua constituição.

Segundo o estudo de Yoshihara *et al.*, o 10-MDP interage menos efetivamente com o esmalte do que com a dentina, o que talvez indique que a estrutura e/ou tamanho dos cristais de hidroxiapatite no esmalte são menos recetivos à interação química. Consequentemente, isto pode diminuir o processo de *nanolayering*, o que pode explicar, em parte, a baixa eficácia da adesão de sistemas de autocondicionamento no esmalte, comparativamente à dentina. Contudo, uma adequada adesão a um substrato muito mineralizado como o esmalte parece ser alcançada quando um número substancial de micro retenções são produzidas, através do condicionamento prévio com ácido fosfórico (Yoshihara *et al.*, 2011). Segundo várias investigações, o condicionamento prévio do esmalte parece aumentar significativamente os valores das forças de adesão dos sistemas adesivos SBU (de Goes *et al.*, 2014) e CSE (Kanemura *et al.*, 1999; Erickson *et al.*, 2009a; Erickson *et al.*, 2009b; Taschner *et al.*, 2010; Devarasa *et al.*, 2012; Taschner *et al.*, 2012; Li *et al.*, 2013)

Atualmente, cerca de 60% dos estudos científicos mencionam a utilização do teste de microtração para avaliar forças de adesão (Van Meerbeek *et al.*, 2010). O conceito deste método de teste para avaliar os sistemas adesivos é que, quanto maior a capacidade adesiva entre o dente e biomaterial, maior a resistência deste ao *stress* imposto pela polimerização da resina e função mastigatória (Van Noort *et al.*, 1989).

A análise do padrão de fratura dos especímenes no presente estudo laboratorial revela que, o padrão de fratura mais frequente foi a falha adesiva em ambos os grupos SBU MFR SE e CL MFR SE (74% e 62% respetivamente) (Tabela 7). Estes resultados estão em concordância com as expectativas em relação aos testes de microtração, onde o padrão de fratura adesiva é predominante (Pashley *et al.*, 1995b) e com o estudo recente de De Goes e seus colaboradores, em que a fratura predominante, após aplicação do SBU ou CL ambos em modo *self-etch* e em esmalte foi a adesiva (de Goes *et al.*, 2014). De facto, uma avaliação precisa da força de adesão de um sistema adesivo é determinada quando a fratura ocorre na interface adesiva e não envolve o substrato dentário e/ou compósito (Sano *et al.*, 1994; Ghassemieh, 2008). O segundo padrão de fratura mais frequente foi a falha mista, em ambos os grupos, SBU MFR SE e CL MFR

SE (18% e 26% respetivamente) (Tabela 7). Na literatura, este tipo de falha representa uma dificuldade na sua interpretação, uma vez que a fratura mantém-se na interface adesiva mas pode incluir áreas de resina e/ou esmalte (Ghassemieh, 2008). Obtiveram-se algumas falhas coesivas no presente estudo (no grupo SBU MFR SE ocorreram 8% de falhas coesivas no esmalte/dentina e 0% de falhas coesivas de compósito; no grupo CL MFR SE verificou-se 5% de falhas coesivas no esmalte/dentina e 7% de falhas coesivas de compósito). Todos estes tipos de fraturas, que não as adesivas podem ocorrer devido a erros no alinhamento do espécimen ao longo do eixo da máquina de teste universal (Cho e Dickens, 2004), bem como microfissuras produzidas no espécimen durante o seu corte (Sadek *et al.*, 2006). Outra possível causa para as fraturas coesivas de compósito, pode ter sido a insuficiente polimerização da resina composta (Perdigão *et al.*, 2006). Segundo um estudo de Perdigão *et al.*, a polimerização da resina composta durante 40 segundos, em vez dos 20 segundos recomendados pelo fabricante, permite uma diminuição das falhas coesivas de compósito (Perdigão *et al.*, 2006). Assim, no presente estudo, foi realizada a fotopolimerização adicional das faces mesial, distal, vestibular e lingual, durante 10 segundos cada, de modo a evitar as falhas coesivas de compósito.

A literatura refere que quando as forças de adesão são relativamente baixas (5 a 7 MPa), podem ocorrer fraturas prematuras, na interface entre resina composta e esmalte, durante a preparação dos espécimes (Pashley *et al.*, 1999). No decorrer do procedimento laboratorial de corte dos palitos, a maioria das falhas prematuras, registadas como palitos descolados, ocorreu no grupo SBU MFR SE (9 palitos descolados no grupo SBU MFR SE e 1 palito descolado no grupo CL MFR SE) (Tabela 4). Após observação dos dados, verificou-se que os palitos descolados cingiam-se principalmente a um dos quatro dentes no grupo SBU MFR SE (5 falhas) o que pode ser explicado devido a alguma falha ocorrida durante o procedimento laboratorial e não propriamente à capacidade de adesão do sistema adesivo. A abordagem correta perante as falhas pré-teste é controversa, sendo descritas algumas opções na literatura: a) exclusão de todas as falhas pré-teste da análise estatística, como no presente estudo, com conseqüente sobrestimação dos valores de força de adesão; b) atribuir a cada falha pré-teste um valor de força de adesão pré-definido, como 0 MPa, o que irá penalizar o produto; c) atribuição a cada falha pré-teste o valor de força de adesão mais baixo obtido nesse grupo (Eckert e Platt, 2007; Mine *et al.*, 2009; Sarr *et al.*, 2010b).

Atualmente, de modo a evitar as falhas prematuras, foram descritos alguns procedimentos como a utilização de alginato ou gesso a fim de preencher o espaço entre os palitos, após o primeiro corte longitudinal (Van Meerbeek *et al.*, 2010).

Após a avaliação dos resultados, verificou-se um valor de desvio-padrão elevado. Este valor pode ser explicado devido a bolhas ou falhas na camada adesiva, a falta de uniformidade na espessura dessa mesma camada, ou forças de tração anguladas (palito colado ao Jig com angulação ou Jig não paralelo na máquina de teste universal durante a tração) (Perdigão *et al.*, 2002; Ghassemieh, 2008).

As forças adesivas médias calculadas no presente estudo, dos dois grupos testados, são muito inferiores às obtidas por outros investigadores que testaram o CSE e/ou SBU em esmalte (Hashimoto *et al.*, 2003; Mine *et al.*, 2009; Freitas *et al.*, 2012; Perdigão *et al.*, 2012; de Goes *et al.*, 2014), conforme mostra a Tabela 8.

Artigos	Clearfil SE Bond	Scotchbond Universal
	<i>Self-etch</i>	<i>Self-etch</i>
(Hashimoto <i>et al.</i> , 2003)	39,8 ( $\pm$ 11,9)	-
(Mine <i>et al.</i> , 2009)	27,6 ( $\pm$ 10,5)	-
(Freitas <i>et al.</i> , 2012)	28,55 ( $\pm$ 8,32)	27,44 ( $\pm$ 8,50)
(Perdigão, 2012)	-	28,7 ( $\pm$ 10,5)
(de Goes <i>et al.</i> , 2014)	28,5 ( $\pm$ 8,3)	27,4 ( $\pm$ 8,5)
<b>Presente estudo</b>	16,95 ( $\pm$ 8,16)	16,62 ( $\pm$ 12,25)

**Tabela 8** - Valores médios de forças de adesão e desvio padrão, em MPa, obtidos em 5 estudos, comparativamente aos resultados obtidos no presente estudo.

Contudo, os resultados podem não ser comparáveis devido a variações no substrato dentário, no tamanho e geometria dos espécimes ou na metodologia utilizada (Cardoso *et al.*, 1998; El Zohairy *et al.*, 2004; De Munck *et al.*, 2005a; Armstrong *et al.*, 2010). Uma revisão da literatura menciona a existência de um coeficiente de variação de 20 a 50% entre os resultados de estudos semelhantes de diferentes investigadores (Scherrer *et al.*, 2010). Um parâmetro importante a considerar é a preparação do substrato dentário (esmalte) antes do procedimento de adesão. Esta preparação pode ser realizada por uma broca diamantada como no presente estudo ou através de um disco de papel abrasivo de carbureto de silício (SiC) de grão 600 como em alguns estudos da Tabela 8 (Hashimoto *et al.*, 2003; Freitas *et al.*, 2012; de Goes *et al.*, 2014). Clinicamente, a *smear layer* obtida utilizando uma broca diamantada é mais

irregular e rugosa que a produzida laboratorialmente por um disco de papel abrasivo de carbureto de silício (SiC) de grão 600 (Yoshida *et al.*, 2004; Mine *et al.*, 2010). Uma maior rugosidade da superfície e maior espessura de *smear layer* corresponde a uma menor impregnação do sistema adesivo SE. Assim, a força de adesão obtida após a preparação do substrato com um disco de papel abrasivo de carbureto de silício (SiC) de grão 600 pode ser sobrestimada devido à facilidade na penetração do adesivo (Oliveira *et al.*, 2003; Cardoso *et al.*, 2008; Taschner *et al.*, 2010). Outra diferença entre os estudos é a preparação dos espécimes para o teste de microtração, podendo estes ser *trimmed* ou *non-trimmed*. No estudo de Mine e seus colaboradores os espécimes são preparados em forma de ampulheta (Mine *et al.*, 2009) enquanto no presente estudo e restantes estudos da Tabela 8, os espécimes não são preparados para o teste de microtração. O *trimming* dos espécimes na interface, de modo a obter espécimes em forma de ampulheta, permite uma melhor concentração do *stress* na interface e evita fraturas indesejadas junto à cola de cianoacrilato, quando executado de correto modo (Armstrong *et al.*, 2010).

No estudo de Hashimoto, onde os valores são os mais elevados, a amostra utilizada foi pré-molares humanos extraídos por motivos ortodônticos (Hashimoto *et al.*, 2003). No presente estudo os dentes utilizados foram molares humanos não erupcionados ou semi-inclusos. A superfície de esmalte não tratado apresenta uma camada de esmalte aprismático com uma espessura média de 30µm (Nanci, 2008). Esta camada é hipermineralizada, incorporando fluoreto na estrutura da hidroxiapatite, tornando-a mais resistente à desmineralização (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley e Tay, 2001; Mine *et al.*, 2010). Contudo, a camada aprismática diminui de espessura ou é completamente removida ao longo do tempo devido às funções mastigatórias na cavidade oral, aumentando assim a eficácia da desmineralização dos adesivos SE (Ripa *et al.*, 1966). Este desgaste pode explicar os valores mais elevados do estudo de Hashimoto e seus colaboradores.

As estratégias de adesão melhoraram nos últimos anos e o conceito de adesão-descalcificação tem sido progressivamente consolidado como parte da interação entre a resina composta e o substrato dentário. Muitos estudos demonstraram que o monómero funcional ácido, que apresenta uma afinidade química para o cálcio na hidroxiapatite, é essencial na longevidade das restaurações (Fujita *et al.*, 2011). Por este motivo, a



noção de que para uma longevidade da adesão é essencial uma retenção micromecânica, tem sido gradualmente substituída pela importância da interação química no substrato dentário (de Goes *et al.*, 2014).

Uma das limitações deste estudo está relacionado com a impossibilidade de extrapolar os resultados obtidos sobre um material, através de um estudo *in vitro* para situações *in vivo*. Não podemos realizar estas inferências diretas da informação obtida devido a variáveis externas, que não podem ser reproduzidas num estudo *in vitro*, como por exemplo simular as condições intra-orais que variam de paciente para paciente.

Outra limitação foi o facto de não avaliarmos os padrões de condicionamento e profundidade de desmineralização destes dois sistemas adesivos, quando aplicados em esmalte.

Um campo de estudo que poderia ser relevante era avaliar o efeito do envelhecimento da camada adesiva, destes dois sistemas adesivos, quando aplicados em esmalte.

## CONCLUSÃO

Os resultados do presente estudo demonstram que não existem diferenças estatisticamente significativas nas forças de adesão entre o CL MFR SE e o SBU MFR SE. Assim sendo, a hipótese nula não foi rejeitada.

Dentro das limitações deste estudo, pode concluir-se que o desempenho, em esmalte, é similar quando aplicado o *gold standard self-etch* de dois passos (Clearfil SE Bond) ou o recente sistema adesivo universal em modo *self-etch* (Scotchbond Universal).

## BIBLIOGRAFIA

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

Brackett WW, Tay FR, Looney SW, Ito S, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin and enamel bond strengths of recent self-etching resins. *Operative dentistry*. 2008;33(1):89-95.

Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2008;24(1):90-101.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of dental research*. 1955;34(6):849-53.

Buonocore MG, Matsui A, Gwinnett AJ. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding. *Archives of oral biology*. 1968;13(1):61-70.

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

Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, *et al*. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Australian dental journal*. 2011;56 Suppl 1:31-44.

Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 1998;14(6):394-8.

Cardoso PE, Carrilho MR, Francci CE, Perdigao J. Microtensile bond strengths of one-bottle dentin adhesives. *American journal of dentistry*. 2001;14(1):22-4.

Cho BH, Dickens SH. 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. 2004;20(2):107-15.

Coelho A, Canta JP, Martins JN, Oliveira SA, Marques P. Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários–revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*. 2012;53(1):39-46.

de Goes M, Shinohara M, Freitas M. Performance of a New One-step Multi-mode Adhesive on Etched vs Non-etched Enamel on Bond Strength and Interfacial Morphology. *The journal of adhesive dentistry*. 2014.

De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Cardoso MV, Van Landuyt KL, *et al*. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *Journal of dental research*. 2012;91(4):351-7.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, *et al*. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *Journal of dental research*. 2005a;84(2):118-32.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, *et al*. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. *Journal of dental research*. 2003;82(2):136-40.

De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrechts P, *et al*. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Operative dentistry*. 2005b;30(1):39-49.

Devarasa G, Subba Reddy V, Chaitra N, Swarna Y. Self-etching adhesive on intact enamel, with and without pre-etching. *Microscopy research and technique*. 2012;75(5):650-4.

Eckert GJ, Platt JA. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2007;23(3):385-91.

El Zohairy AA, de Gee AJ, de Jager N, van Ruijven LJ, Feilzer AJ. The influence of specimen attachment and dimension on microtensile strength. *Journal of dental research*. 2004;83(5):420-4.

Erickson RL, Barkmeier WW, Kimmes NS. Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. *dental materials*. 2009a;25(10):1187-94.

Erickson RL, Barkmeier WW, Latta MA. The role of etching in bonding to enamel: a comparison of self-etching and etch-and-rinse adhesive systems. *Dental Materials*. 2009b;25(11):1459-67.

Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *European journal of oral sciences*. 2002;110(5):385-91.

Freitas MS, Shinohara MS, De Goes MF. Effect of enamel pre-etching on bond strength of self-etching adhesives. *Dental Materials*. 2012;28, Supplement 1(0):e8-e9.

Fujita K, Ma S, Aida M, Maeda T, Ikemi T, Hirata M, *et al*. Effect of reacted acidic monomer with calcium on bonding performance. *Journal of dental research*. 2011;90(5):607-12.

Ghassemieh E. Evaluation of sources of uncertainties in microtensile bond strength of dental adhesive system for different specimen geometries. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008;24(4):536-47.

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Microtensile bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2004;6(4):313-8.

Gwinnett AJ. Acid etching for composite resins. *Dental clinics of North America*. 1981;25(2):271-89.

Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Archives of oral biology*. 1971;16(7):731-8.

Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, *et al.* Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent.* 2012;40(6):475-84.

Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *European journal of oral sciences.* 2002;110(6):464-70.

Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Horii M, Sano H, Kaga M, *et al.* Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. *European journal of oral sciences.* 2003;111(5):447-53.

Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, *et al.* Effect of fracture strength of primer-adhesive mixture on bonding effectiveness. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.* 2005;21(5):413-20.

Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent.* 1999;27(7):523-30.

Koshiro K, Sidhu SK, Inoue S, Ikeda T, Sano H. New concept of resin-dentin interfacial adhesion: the nanointeraction zone. *Journal of biomedical materials research Part B, Applied biomaterials.* 2006;77(2):401-8.

Latta MA, Naughton WT. Bonding and curing considerations for incipient and hidden caries. *Dental clinics of North America.* 2005;49(4):889-904, viii.

Li N, Nikaido T, Alireza S, Takagaki T, Chen JH, Tagami J. Phosphoric acid-etching promotes bond strength and formation of acid-base resistant zone on enamel. *Operative dentistry.* 2013;38(1):82-90.

Loguercio AD, Lorini E, Weiss RV, Tori AP, Picinatto CC, Ribeiro NR, *et al.* A 12-month clinical evaluation of composite resins in class III restorations. *The journal of adhesive dentistry.* 2007;9(1):57-64.

Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosa M, Cadenaro M, *et al.* Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year *in vitro* study. *J Dent.* 2014;42(5):603-12.

Mena-Serrano A, Kose C, De Paula EA, Tay LY, Reis A, Loguercio AD, *et al.* 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]. 2013;25(1):55-69.

Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt K, Poitevin A, Kuboki T, *et al.* Enamel-smear compromises bonding by mild self-etch adhesives. *Journal of dental research*. 2010;89(12):1505-9.

Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, *et al.* Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *J Dent*. 2009;37(11):872-83.

Mitra SB, Lee CY, Bui HT, Tantbirojn D, Rusin RP. 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. 2009;25(4):459-66.

Miyazaki M, Sato M, Onose H. Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. *Operative dentistry*. 2000;25(2):75-80.

Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2005;21(10):895-910.

Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent*. 2013;41(5):404-11.

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

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of biomedical materials research*. 1982;16(3):265-73.

Nanci A. Enamel: composition, formation and structure. *Ten Cate's Oral Histology: Development, Structure, and Function*: Mosby Inc; 2008. p. 141-90.

Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW, Jr. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2003;19(8):758-67.

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

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Carvalho RM, Russell CM. Bond strength versus dentine structure: a modelling approach. *Archives of oral biology*. 1995a;40(12):1109-18.

Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 1995b;11(2):117-25.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2001;17(5):430-44.

Perdigão J. Abstract 18 - Evaluation of a New Universal Adhesive Using Different Bonding Strategies. *Journal of dental research*. 2012.

Perdigão J. New developments in dental adhesion. *Dental clinics of North America*. 2007;51(2):333-57.

Perdigao J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]*. 2003;15(1):32-41; discussion 2.

Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]*. 2002;14(1):31-8.



Perdigao J, Gomes G, Gondo R, Fundingsland JW. In vitro bonding performance of all-in-one adhesives. Part I--microtensile bond strengths. *The journal of adhesive dentistry*. 2006;8(6):367-73.

Perdigao J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B, Vanherle G. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *American journal of dentistry*. 1997;10(3):141-6.

Perdigao J, Lopes MM, Gomes G. In vitro bonding performance of self-etch adhesives: II--ultramorphological evaluation. *Operative dentistry*. 2008;33(5):534-49.

Perdigao J, Munoz M, Sezinando A, Luque-Martinez I, Staichak R, Reis A, *et al*. Immediate Adhesive Properties to Dentin and Enamel of a Universal Adhesive Associated With a Hydrophobic Resin Coat. *Operative dentistry*. 2013.

Perdigao J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive. *American journal of dentistry*. 2012;25(3):153-8.

Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Five-year clinical effectiveness of a two-step self-etching adhesive. *Journal of Adhesive Dentistry*. 2007;9(1):7.

Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. 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*. 2010;26(12):1176-84.

Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2005;21(9):864-81.

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

Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. *Archives of oral biology*. 1966;11(1):41-8.

Roberson T, Heymann H, Swift E. *Sturdevant's art and science of operative dentistry*. 5th ed. Elsevier: Mosby; 2006.

Sadek FT, Calheiros FC, Cardoso PE, Kawano Y, Tay F, Ferrari M. Early and 24-hour bond strength and degree of conversion of etch-and-rinse and self-etch adhesives. *American journal of dentistry*. 2008;21(1):30-4.

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

Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, *et al*. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a microtensile bond test. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 1994;10(4):236-40.

Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J, *et al*. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo*. *Journal of dental research*. 1999;78(4):906-11.

Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, *et al*. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Operative dentistry*. 2010a;35(1):94-104.

Sarr M, Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Kane AW, Vreven J, *et al*. Immediate bonding effectiveness of contemporary composite cements to dentin. *Clinical oral investigations*. 2010b;14(5):569-77.

Scherrer SS, Cesar PF, Swain MV. 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*. 2010;26(2):e78-93.

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

Stangel I, Ellis TH, Sacher E. Adhesion to tooth structure mediated by contemporary bonding systems. *Dental clinics of North America*. 2007;51(3):677-94, vii.

Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Falconi M, Petschelt A, *et al.* Influence of preliminary etching on the stability of bonds created by one-step self-etch bonding systems. *European journal of oral sciences*. 2012;120(3):239-48.

Taschner M, Nato F, Mazzoni A, Frankenberger R, Kramer N, Di Lenarda R, *et al.* Role of preliminary etching for one-step self-etch adhesives. *European journal of oral sciences*. 2010;118(5):517-24.

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

Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *The journal of adhesive dentistry*. 2002;4(2):91-103.

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent*. 2002a;30(7-8):371-82.

Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *Journal of dental research*. 2002b;81(7):472-6.

Turkun SL. Clinical evaluation of a self-etching and a one-bottle adhesive system at two years. *J Dent*. 2003;31(8):527-34.

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

Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, *et al.* Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *The journal of adhesive dentistry*. 2009;11(3):175-90.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, *et al.* Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Operative dentistry*. 2003;28(3):215-35.

Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, *et al.* Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dental materials* : official publication of the Academy of Dental Materials. 2010;26(2):e100-21.

Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, *et al.* Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dental materials journal*. 2005;24(1):1-13.

Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, *et al.* Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Operative dentistry*. 2001:119-44.

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

Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent*. 1989;17(2):61-7.

Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent*. 2014;42(7):800-7.

Watanabe I, Nikaido T, Nakabayashi N. [Effect of adhesion promoting monomers on adhesion to ground dentin]. *Shika zairyo, kikai = Journal of the Japanese Society for Dental Materials and Devices*. 1990;9(6):888-93.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, *et al.* Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *Journal of dental research*. 2004;83(6):454-8.

Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, *et al.* Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *Journal of dental research*. 2000;79(2):709-14.

Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, *et al.* Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. *Journal of dental research*. 2012;91(4):376-81.

Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Irie M, Ogawa T, *et al.* Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. *Acta biomaterialia*. 2011;7(8):3187-95.

Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, *et al.* Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. *Acta biomaterialia*. 2010;6(9):3573-82.

## ANEXO A

**Palitos obtidos, descolados e tracionados de cada dente de cada grupo de adesivo**

Grupo	Dente	Palitos obtidos	Palitos descolados	Palitos tracionados
<b>SBU MFR SE</b>	1.1.	12	5	7
	1.2.	14	3	11
	1.3.	9	1	8
	1.4.	12	0	12
Total	<b>4</b>	<b>47</b>	<b>9</b>	<b>38</b>
<b>CL MFR SE</b>	2.1	14	0	14
	2.2	15	0	15
	2.3	14	1	13
	2.4.	15	0	15
Total	<b>4</b>	<b>58</b>	<b>1</b>	<b>57</b>

**Tabela 9** - Palitos obtidos, descolados e tracionados de cada dente de cada grupo de adesivo.

## ANEXO B

### Instruções do fabricante

Adesivo Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) – Estratégia *self-etch*

1. Utilizar o aplicador descartável para aplicar o adesivo na totalidade da superfície dentária e friccionar durante 20 segundos. Evitar contacto entre o adesivo e a mucosa oral.
2. Se necessário, voltar a humedecer o aplicador descartável durante o tratamento.
3. Em seguida, direccionar um jato de ar leve sobre o líquido durante 5 segundos, até que este deixe de evidenciar movimento e o solvente se tenha evaporado na totalidade.
4. Polimerizar o adesivo durante 10 segundos, com uma unidade comum de polimerização por luz.
5. Em seguida, consoante a indicação, prosseguir o trabalho com o material desejado, de acordo com as respetivas instruções de utilização.

Clearfil SE Bond (Kuraray, Okayama, Japan)

1. Dispensar a quantidade necessária de *primer* num compartimento do prato de mistura, imediatamente antes da aplicação
2. Aplicar o *primer* na totalidade das paredes da cavidade com uma esponja ou escova descartável. Deixar atuar e aguardar durante 20 segundos. Ter cuidado para não permitir contaminação das superfícies tratadas, durante pelo menos por 20 segundos, com saliva ou exsudado.
3. Após o condicionamento da superfície dentária durante 20 segundos, evaporar os ingredientes voláteis com um jato de ar suave e isento de óleo.
4. Dispensar a quantidade necessária de adesivo num compartimento do prato de mistura.
5. Aplicar o adesivo na totalidade da superfície da cavidade com uma esponja ou escova descartável.

6. Após aplicação do adesivo, tornar a camada de adesivo o mais uniforme possível, utilizando um jato de ar suave e isento de óleo.
7. Polimerizar o adesivo durante 10 segundos com uma lâmpada fotopolimerizadora.