

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA – MESTRADO
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DENTÍSTICA RESTAURADORA

GABRIEL DAVID COCHINSKI

**EFEITO DA APLICAÇÃO DE UMA CAMADA HIDROFÓBICA CONTENDO OU
NÃO 10-METACRILÓILOXIDECIL DI-HIDROGÊNIO FOSFATO NA
LONGEVIDADE DAS PROPRIEDADES ADESIVAS DE SISTEMAS ADESIVOS
UNIVERSAIS À DENTINA.**

PONTA GROSSA
2024

GABRIEL DAVID COCHINSKI

**EFEITO DA APLICAÇÃO DE UMA CAMADA HIDROFÓBICA CONTENDO OU
NÃO 10-METACRILÓILOXIDECIL DI-HIDROGÊNIO FOSFATO NA
LONGEVIDADE DAS PROPRIEDADES ADESIVAS DE SISTEMAS ADESIVOS
UNIVERSAIS À DENTINA.**

Dissertação apresentada como pré-requisito para obtenção do título Mestre em Odontologia pela Universidade Estadual de Ponta Grossa, no Curso de Mestrado em Odontologia - Área de Concentração: Dentística Restauradora. Linha de Pesquisa: Propriedades Físico-Químicas e Biológicas dos Materiais Odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio

**PONTA GROSSA
2024**

C662 Cochinski, Gabriel David
Efeito da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-metacriloiloxidecil di-hidrogênio fosfato na longevidade das propriedades adesivas de sistemas adesivos universais à dentina / Gabriel David Cochinski. Ponta Grossa, 2024.
48 f.

Dissertação (Mestrado em Odontologia - Área de Concentração: Dentística Restauradora), Universidade Estadual de Ponta Grossa.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio.

1. Adesivos dentinários. 2. Fotopolimerização - adesivos dentários. 3. Interações hidrofóbicas - hidrofílicas. I. Loguercio, Alessandro Dourado. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Dentística Restauradora. III.T.

CDD: 617.6

GABRIEL DAVID COCHINSKI

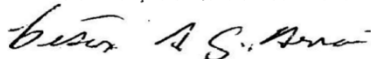
EFEITO DA APLICAÇÃO DE UMA CAMADA HIDROFÓBICA CONTENDO OU NÃO
10-METACRILÓILOXIDECIL DI-HIDROGÊNIO FOSFATO NA LONGEVIDADE DAS
PROPRIEDADES ADESIVAS DE SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS À
DENTINA.

Dissertação apresentada como pré-requisito para
obtenção do título Mestre em Odontologia pela
Universidade Estadual de Ponta Grossa, no Curso de
Mestrado em Odontologia - Área de Concentração:
Dentística Restauradora. Linha de Pesquisa:
Propriedades Físico-Químicas e Biológicas dos
Materiais Odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio

Ponta Grossa, 05 de março de 2024

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO STRICTO SENSU EM ODONTOLOGIA



Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais
COORDENADOR



Profa. Dra. Viviane Hass
University of Missouri

Documento assinado digitalmente
 ALESSANDRO DOURADO LOGUERCIO
Data: 06/05/2024 16:30:02-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio
Universidade Estadual de Ponta Grossa

DADOS CURRICULARES

GABRIEL DAVID COCHINSKI

NASCIMENTO

11 – 09 - 1996

Cascavel – Paraná – Brasil

FILIAÇÃO

Sergio Luiz Cochinski

Sirlei Teresinha Cochinski

2017 – 2022

Curso de Graduação em Odontologia pela
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG),
Ponta Grossa, Paraná.

2022 – 2024

Curso de Pós-graduação em Odontologia. Área de
concentração: Dentística Restauradora.
Nível Mestrado em Odontologia (Em Curso).
Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG),
PR, Brasil.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por sempre guiar meus caminhos e me dar o presente da vida, dia a dia.

À Universidade Estadual de Ponta Grossa e ao Programa de Pós-graduação Stricto Sensu em Odontologia.

A CAPES e CNPQ pelo apoio financeiro durante a execução do projeto.

A minha noiva Anna, pelo amor, o carinho e suporte que sempre me deu neste caminho.

Aos meu amigo Michel, obrigado por me ouvir e compartilhar seu tempo em todos os momentos, pelas dicas e puxões de orelha, obrigado pela inspiração.

Aos meus colegas e amigos do laboratório Alejandra Nuñez, e Romina Andrea e pelo carinho e a amizade, pela paciência para me ensinar, e pelo apoio em todos os momentos.

Aos meus amigos do grupo de pesquisa, que foram essenciais para meu crescimento pessoal, agradeço muito por ter vocês na minha vida.

A todos os professores do Programa de pós-graduação em Odontologia da UEPG que transmitiram seus conhecimentos durante o curso.

Ao meu orientador Prof. Dr. Alessandro D. Loguercio, por me aceitar como orientado e por me guiar neste caminho. Muito obrigado pela confiança depositada, pelo apoio e pelas oportunidades.

RESUMO

COCHINSKI GD. **Efeito da aplicação de uma camada extra hidrofóbica contendo ou não 10-metacriloiloxidecil di-hidrogênio fosfato na longevidade das propriedades adesivas de sistemas adesivos universais à dentina.** [Dissertação] - Mestrado em Odontologia – Área de Concentração Dentística Restauradora - Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2023.

Objetivos: Este estudo *in-vitro* avaliou a efetividade da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-metacriloiloxidecil di-hidrogênio fosfato (10-MDP) sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas e após envelhecimento térmico. **Material e Métodos:** 96 molares humanos hígidos foram divididos aleatoriamente em 12 grupos de acordo com as seguintes variáveis: 1) Sistema adesivo: Prime&Bond Universal (Dentsply Sirona, Estados Unidos, Carolina do Norte) e AllBond Universal (Bisco, Estados Unidos, Illinois, 2) Modo de aplicação: Condicionamento e lavagem (CL) e Autocondicionante (AC) 3) Camada hidrofóbica (CH): Controle, Clearfil SE Bond, (Kuraray, Japão) e Scotchbond Multiuso (3M, Estados Unidos, Minnesota) 4) Tempo: Imediato e após termociclagem. Logo após, os dentes foram restaurados em incrementos de 2mm, totalizando restaurações com 4mm de espessura, e seccionados nos sentidos vestibulo-lingual e méso-distal, obtendo palitos de resina-dentina que foram testados por resistência de união através de testes de microtração, grau de conversão (GC) através de espectroscopia RAMAN e nanoinfiltração (NI) por imagens realizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Os dados foram então submetidos a teste de variância de 4 fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). **Resultados:** A aplicação de uma CH melhorou a performance dos adesivos universais nos testes de micro tração, a NI e grau de conversão tanto no tempo imediato como após 10000 ciclos. A camada com MDP apresentou valores superiores em todos os grupos, com exceção do grupo Prime&Bond Active na estratégia AC. No teste de NI os a aplicação de uma CH diminuiu os valores, entretanto não houve diferença entre as camadas. Todos os grupos tiveram maiores resultados de NI após termociclagem. Para o GC, a aplicação de uma CH aumentou os resultados de conversão dos adesivos, entretanto a camada com MDP apresentou resultados superiores. **Conclusão:** A adição de uma CH sobre UAs melhorou as propriedades adesivas a dentina imediatamente e após envelhecimento térmico. A presença de 10-MDP na CH aparenta melhorar algumas propriedades imediatas, mas após envelhecimento térmico, não foram observadas diferenças.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários; Fotopolimerização de Adesivos Dentários; Interações Hidrofóbicas e Hidrofílicas.

ABSTRACT

COCHINSKI GD. **Effect of the application of an extra hydrophobic layer containing or not 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate on the longevity of the adhesive properties of universal adhesive systems to dentin.** [Dissertation] – Master of Science in Dentistry – Concentration Area: Restorative Dentistry - State University of Ponta Grossa; 2023.

Objectives: To evaluate the bond strength (μ TBS), nanoleakage (NL), and degree of conversion (DC) of an additional hydrophobic coat (HC) containing 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (MDP) on 2 universal adhesives (UA) on the adhesive properties to dentine at baseline and after thermocycling. *Materials and methods:* Eighty-four sound third molars were used to evaluate bonding properties to dentin. The teeth were divided into eight experimental groups according to the following variables: 1) Universal adhesive systems: Prime&Bond Universal (PBU) and Allbond Universal (ABU), 2) Adhesive strategies: etch-and-rinse (ER) and self-etch (SE); 3) HC: Clearfil SE Bond, as an MDP-containing HC and Adper Scotchbond Multi-Purpose as an MDP-free HC, 4) Treatment: Baseline and Termocycling. For the samples prepare, the enamel was removed, and the adhesive and restorative procedure was performed with a composite resin. The specimens were cut into resin-dentine bonded sticks. The sticks were tested under tension at 0.5mm/min (μ TBS) and for nanoleakage of the resin-dentine interface, the samples were infiltrated with silver nitrate and analyzed on a field-emission scanning electron microscope (FE-SEM). For the degree of conversion, the adhesive layer was evaluated by micro-Raman spectroscopy. Data were analyzed with three-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha=0.05$). *Results:* Higher and significant μ TBS values were observed when an MDP-containing additional coat was applied at baseline and after thermocycling when compared to the control group for both universal adhesives, however, for Prime&Bond Active no differences were observed between HC. For NL, lower and significant NL values were observed when an HC with or without MDP was used in comparison with the control group. When both control groups are compared, All Bond Universal showed less NL values than Prime&Bond Active. However, all the groups demonstrate worse results after termocycling. Higher and significant DC values were observed when an MDP-containing additional coat was used in comparison with control or MDP-free additional coat groups. *Conclusion:* The addition of an HC over UAs improved the bonding proprieties to dentin at baseline and after thermocycling. The presence of MDP on the HC seems to enhance some immediate proprieties, but after thermocycling aging, non-differences were observed.

Keywords: Dentin-Bonding Agents. Light-Curing of Dental Adhesives. Hydrophobic and Hydrophilic Interactions

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Preparo da superfície de dentina.....	21
Figura 2.	Protocolo adesivo.....	22
Figura 3.	Protocolo restaurador.....	24
Figura 4.	Preparo dos corpos de prova.	25
Figura 5.	Teste de Microtração	26
Figura 6.	Teste de Nanoinfiltração.....	27
Figura 7.	Fotomicrografias representativas de Nanoinfiltração.....	32

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Sistema adesivo utilizado, composição e modo de aplicação	22
Tabela 2.	Médias e desvios-padrão da resistência de união à microtração (MPa)	31
Tabela 3.	Tipo de fratura das interfaces resina-dentina obtidas após o teste de resistência de união à microtração em cada condição experimental.....	31
Tabela 4.	Médias e desvios-padrão da nanoinfiltração (%) obtida em cada condição experimental.....	32
Tabela 5.	Médias e desvios-padrão do grau de conversão (%).	33

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

A	Fratura adesiva
C	Fratura coesiva
CH	Camada hidrofóbica
COEP	Comitê de ética em pesquisa
CON	Estratégia adesiva de condicionamento e lavagem
FP	Fratura prematura
IM	Imediato
LED	Diodo emissor de luz, pela frase em inglês <i>Light Emitting Diode</i>
M	Fratura mista
MDP	10-Metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NI	Nanoinfiltração
N° ou n	Número
RU	Resistência de união

LISTA DE SÍMBOLOS E UNIDADES

#	Número
%	Porcentagem
=	Igual
<	Menor que
>	Maior que
≥	Maior ou igual que
±	Mais ou menos
≈	Aproximadamente
μm	Micrometro
s	Segundo (s)
min	Minuto (s)
MPa	Mega Pascal
mm	Milímetro (s)
mm ²	Milímetro (s) quadrado (s)
mm/min	Milímetro (s) por minuto
mW	MiliWatts
mW/cm ²	MiliWatts por centímetro (s) quadrado
°C	Grau (s) Celsius
n	Número de corpos de prova
N	Newton
X	Número de vezes
rpm	Rotações por minuto
h	Hora (s)
α	Nível de significância
p	Valor de probabilidade

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	14
2.1	RESTAURAÇÕES ADESIVAS EM RESINA COMPOSTA.....	14
2.2	SISTEMAS ADESIVOS.....	15
2.3	DEGRADAÇÃO DA CAMADA HÍBRIDA.....	17
2.4	APLICAÇÃO DE UMA CAMADA HIDROFÓBICA.....	17
3	OBJETIVOS.....	19
3.1	OBJETIVO GERAL.....	19
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	19
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	20
4.1	CÁLCULO AMOSTRAL.....	20
4.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	20
4.3	SELEÇÃO DOS DENTES.....	20
4.4	PREPARO DOS ESPÉCIMES.....	21
4.5	PROTOCOLO ADESIVO.....	22
4.6	PREPARO DAS RESTAURAÇÕES.....	23
4.7	OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	24
4.8	TERMOCICLAGEM.....	25
4.9	TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROTRAÇÃO.....	25
4.10	TESTE DE RESISTÊNCIA NANOINFILTRAÇÃO.....	26
4.11	ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO.....	28
4.12	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	28
5	RESULTADOS.....	30
5.1	RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO (RU).....	30
5.2	AVALIAÇÃO DA NANOINFILTRAÇÃO (NI).....	31
5.3	AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO.....	32
6	DISCUSSÃO.....	34
7	CONCLUSÃO.....	38
	REFERÊNCIAS.....	39
	ANEXO A – APROVAÇÃO DO PROJETO PELA COMISSÃO DE ÉTICA EM PESQUISA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA (COEP / UEPG)	45

1. INTRODUÇÃO

Desde a sua introdução na década de 1960, as resinas compostas tornaram-se cada vez mais populares e atualmente são consideradas a primeira escolha para restaurações estéticas tanto em dentes anteriores como em posteriores (Lynch et al. ¹ 2014). No entanto, restaurações falham, principalmente devido a fraturas e cáries adjacentes a margem da restauração (Ástvaldsdóttir et al. ² 2015). Dessa forma, a substituição de restaurações insatisfatórias ainda é muito frequente em consultórios públicos e privados, consumindo uma quantidade significativa de tempo clínico e impondo altos custos financeiros para os sistemas de saúde (Righolt et al. ³ 2018). Visto isso, materiais e técnicas que visem aumentar a longevidade das restaurações bem como diminuir a taxa de falhas adesivas começaram a ser desenvolvidos (Alex ⁴ 2015).

A evolução dos adesivos dentários tem se concentrado em tornar o procedimento clínico mais simples e prático, e seguindo esse raciocínio, os sistemas adesivos universais foram desenvolvidos em 2011 oferecendo aos dentistas a versatilidade para selecionar a estratégia de adesão, uma vez que permitem a aplicação tanto no modo de condicionamento e lavagem (CL) como no modo autocondicionante (AC) (Yoshihara et al. ⁵ 2018) através da adição de monômeros funcionais como o 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (MDP), que possibilita uma interação química com o substrato dental através da deposição de nanocamadas (Oliveira et al. ⁶ 2017), demonstrando um excelente sucesso clínico (Josic et al. ⁷ 2021).

Entretanto para que essa “versatilidade” fosse possível, foi necessário que houvesse, juntamente com a inclusão de monômeros funcionais hidrofílicos, a adição de uma maior quantidade de solventes (Yoshihara et al. ⁵ 2018; Yiu et al. ⁸ 2005), para que se tornassem compatíveis com a dentina não condicionada e condicionada. No entanto essa formulação demonstra ser mais suscetível a um aprisionamento de solvente residual na camada adesiva, causando um efeito plastificador e dificultando a aproximação das moléculas reativas de monômeros durante o processo de polimerização (Yiu et al. ⁸ 2005), afetando assim o grau de conversão, como resultado uma camada adesiva porosa é obtida, comportando-se como membrana semipermeável e mais suscetível à degradação ao longo do tempo (Loguercio et al.

⁹ 2009). Dessa maneira, aumentar a capacidade de selamento da camada adesiva torna-se imprescindível para garantir a durabilidade da interface.

Uma alternativa a este problema seria a aplicação de uma camada extra hidrofóbica (CH) sobre adesivos universais, aumentando a espessura da camada e diminuindo a concentração de solventes na camada adesiva, como mostrado em diversos estudos (de Brito et al. ¹⁰ 2022; Fuentes et al. ¹¹ 2023; Muñoz et al. ¹² 2014).

Porém, uma divergência na literatura ainda é persistente, enquanto Ahmed et al. ¹³ 2020 e Ermis et al. ¹⁴ 2019 demonstraram que a aplicação de uma CH após a aplicação do sistema adesivo universal foi eficiente em melhorar as propriedades adesivas Fuentes et al. ¹¹ 2023; De Vito Moraes et al. ¹⁵ 2011 e Perdigão et al. ¹⁶ 2020 concluíram que aplicação da CH não foi efetiva em melhorar tais propriedades. Fatores como a composição da CH aplicada, bem como a presença ou não do 10-MDP, podem ser os responsáveis por esses resultados conflitantes, dessa forma, além da aplicação da CH, a presença do 10MDP poderia deixar a superfície saturada de moléculas de 10-MDPca que ajudariam em uma maior ligação química com o substrato melhorando as propriedades adesivas. Porém até o momento tal hipótese ainda não foi testada.

Portanto, o objetivo desse estudo foi avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas e após envelhecimento artificial da interface adesiva.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 RESTAURAÇÕES ADESIVAS EM RESINA COMPOSTA

As restaurações adesivas são um procedimento muito comum no dia a dia dos cirurgiões dentistas em diversas áreas de atuação. Devido a suas ótimas propriedades estéticas e mecânicas, têm sido amplamente estudadas e aperfeiçoadas desde o seu surgimento ao redor de 1960. O objetivo dos pesquisadores e fabricantes é aprimorar a qualidade e longevidade dos materiais restauradores, possibilitando uma diminuição no índice de falha destas restaurações (Ferracane ¹⁷ 2011; Maske et al. ¹⁸ 2017). A Odontologia restauradora e a filosofia de tratamento restaurador minimamente invasivo têm sido baseadas na melhora da efetividade da adesão dos materiais restauradores aos tecidos dentais mineralizados, permitindo uma menor perda de tecidos dentais durante os tratamentos restauradores adesivos (Zhou et al. ¹⁹ 2019).

No entanto, a taxa de sobrevivência de restaurações adesivas varia, sendo relatada um índice de falha anual em torno de 5%. Embora não haja dados específicos sobre a prevalência global de restaurações adesivas, é importante notar que a taxa de sobrevivência pode variar de acordo com vários fatores, como a localização geográfica, a população de pacientes e as práticas individuais dos dentistas (Demarco et al. ²⁰ 2017).

Vários fatores podem influenciar o sucesso dos tratamentos restauradores adesivos a longo prazo, como hábitos para funcionais, dieta e acúmulo de biofilme, que podem levar a fraturas causadas pela fadiga do material restaurador ou o aparecimento de caries adjacentes as margens da restauração, antigamente conhecidas como caries secundárias. Estas lesões multifatoriais, ocorrem devido a diminuição do pH, causada pelo produto da metabolização de açúcares feito por bactérias acidúricas e acidogênicas presentes no biofilme cariogênico (Demarco et al. ²⁰ 2017; Askar et al. ²¹ 2020; Selwitz et al. ²² 2007). O aparecimento destas lesões são o principal motivo para a substituição de restaurações adesivas.

Diversos motivos podem ser relacionados com o surgimento destas lesões, entretanto na maioria dos casos estão relacionadas a lacunas entre o substrato dental e as restaurações, muitas vezes intactas (Maske et al. ¹⁸ 2017). Estas lacunas são presentes devido à falta de selamento na interface adesiva, provavelmente resultante

de uma adesão ineficiente entre o material restaurador e os tecidos dentais (Demarco et al. ²³ 2012).

A perda de restaurações tem um alto impacto financeiro tanto para os sistemas de saúde públicos quanto para os sistemas de saúde privado ao redor do mundo (Eltahlah et al. ²⁴ 2018). Cerca de 2.4 bilhões de pessoas são afetados por caries em dentes permanentes em todo o mundo e necessitam de tratamentos restauradores (²⁵ 2015). Além dos danos à saúde, outros custos indiretos são relatados ao redor de 21 bilhões de dólares ao ano (Righolt et al. ³ 2018). Estes dados ressaltam a importância em continuar a pesquisa e o desenvolvimento de materiais e técnicas que possam reduzir os gastos e melhorar as condições de saúde bucal por toda a população mundial.

2.2 SISTEMAS ADESIVOS

A evolução da odontologia adesiva foi um divisor de águas nos tratamentos restauradores, desde o surgimento da técnica de condicionamento ácido em esmalte proposta por Buonocore em 1955 (Buonocore 1955). Por volta de 1951, Hagger utilizou um monômero funcional chamado de glicerofosfato dimetacrilato (GPMD), que ainda está presente na composição de alguns adesivos na atualidade. Já em 1952 foi relatado a capacidade deste monômero de penetrar na dentina e formar uma camada adesiva intermediária, melhorando resultados de adesão. Posteriormente esta camada foi denominada camada híbrida (McLean ²⁶ 1999).

A partir destas descobertas, os sistemas adesivos evoluíram até as gerações atuais, apresentando excelentes resultados de adesão dos materiais restauradores aos tecidos dentais, através de técnicas restauradoras conservadoras (BaniHani et al. ²⁷ 2022). Entretanto, a adesão a estes dois tecidos se torna um desafio, em razão do esmalte e dentina possuírem características químicas e estruturais diferentes. Enquanto a dentina é úmida, com alta porcentagem de fibrilas colágenas (material orgânico), o esmalte dental apresenta pouca água e matéria orgânica, sendo um tecido altamente mineralizado (Tjäderhane et al. ²⁸ 2009).

Os sistemas adesivos geralmente são compostos por um ácido ou *primers acídicos* que tem a função de aumentar a energia de superfície do esmalte ou expor as fibrilas colágenas da superfície dentinária, um *primer* hidrofílico que permite a infiltração dos monômeros hidrofílicos na superfície dental, e um adesivo hidrofóbico que forma uma camada mais espessa e resistente, que se une ao material

restaurador. Entretanto, os monômeros hidrofóbicos não têm a capacidade de penetrar completamente nas fibrilas colágenas, que ao longo do tempo podem levar a degradação da camada híbrida devido a degradação hidrolítica das fibrilas colágenas (Van Meerbeek et al.²⁹ 2020; Sulkala et al.³⁰ 2002; Van Landuyt et al.³¹ 2007).

Baseado na estratégia de união, os sistemas adesivos são classificados em 3 categorias de acordo com o tratamento de superfície da dentina em: sistemas adesivos de condicionamento e lavagem (CL) em que se deve condicionar toda a estrutura dental com ácido fosfórico, sistemas adesivos autocondicionantes (AC) em que o condicionamento ácido prévio não é necessário e sistemas adesivos universais (AU) que permitem ambas as formas de condicionamento (Van Meerbeek et al.²⁹ 2020; Yamauchi et al.³² 2019).

Os sistemas adesivos de CL removem completamente a lama dentinária (do inglês *smear layer*), pelo condicionamento com ácido fosfórico. Esses adesivos são subdivididos em sistemas de dois ou três passos, dependendo da aplicação combinada e simplificada (dois passos) ou separada (três passos) do primer e adesivo hidrofóbico. Os sistemas adesivos AC modificam a lama dentinária e incorporam na camada híbrida, sem o uso de condicionamento ácido na dentina. Esta categoria pode ser dividida em sistemas autocondicionantes de dois passos (o primer e o adesivo resinoso em frascos separados) ou simplificado de apenas um passo (o primer e o adesivo combinados). Por último, surgiram os sistemas adesivos universais, que podem ser utilizados no modo CL ou AC (Yoshihara et al.⁵ 2018; Yamauchi et al.³² 2019; Cardoso et al.³³ 2019).

Os adesivos da atual geração, chamados de adesivos universais possuem esta versatilidade de estratégias de condicionamento, que só é possível pela inclusão de monômeros funcionais hidrofílicos e uma quantidade maior de solventes para torná-los compatíveis com a dentina não pré-condicionada e condicionada. No entanto, essa nova formulação é mais suscetível a aprisionamento de solventes residual na camada adesiva, o que causa um efeito plastificador e dificulta a aproximação das moléculas reativas de monômeros durante o processo de polimerização. Como resultado, uma camada adesiva porosa é obtida, comportando-se como uma membrana semipermeável e mais suscetível à degradação ao longo do tempo (Yoshihara et al.⁵ 2018).

2.3 DEGRADAÇÃO DA CAMADA HÍBRIDA

A interface adesiva tem a capacidade de degradar de duas maneiras ao longo do tempo, através da degradação dos monômeros resinosos ou a degradação das fibrilas colágenas presente na estrutura dental (Perdigão et al. ³⁴ 2013). A degradação de monômeros resinosos ocorre através da hidrólise, um processo facilitado pela presença de água na interface adesiva, muitas vezes presente em camadas adesivas de sistemas de passo único. Isso é atribuído à limitada conversão de monômero para polímero dos componentes hidrofílicos dos sistemas adesivos, principalmente devido à separação de fases do adesivo. Como resultado, forma-se um polímero menos resistente e mais propenso à degradação enzimática (Pashley et al. ³⁵ 2004).

A polimerização incompleta da fase hidrofílica e a absorção de água pelo material facilitam uma rápida degradação em um ambiente aquoso. Isso leva à hidrólise química das ligações éster nos materiais adesivos. Com o passar do tempo, enzimas esterases presentes na saliva podem acelerar esse processo de degradação. A hidrólise é vista como uma das principais causas de degradação da resina na camada híbrida, contribuindo para a diminuição da resistência de união ao longo do tempo (Pashley et al. ³⁵ 2004; De Munck et al. ³⁶ 2009).

A degradação das fibrilas de colágeno pode levar à destruição da camada híbrida e a perda de força de união à dentina ao longo do tempo. As fibrilas colágenas expostas e não infiltradas por monômeros resinosos podem ser hidrolisadas por diversas enzimas presentes na superfície dentinária, entre elas, as metaloproteinases (MMPs) que têm uma importante função na degradação do colágeno. As MMPs estão presentes de forma inativa nas fibrilas colágenas, entretanto são ativadas com a presença de processos que diminuem o pH e reações inflamatórias do organismo (Perdigão et al. ³⁷ 2013). Durante o condicionamento ácido ou aplicação de primers acídicos durante a aplicação dos protocolos adesivos pode haver a ativação de MMPs (Mazzoni et al. ³⁸ 2015).

2.4 APLICAÇÃO DE UMA CAMADA HIDROFÓBICA

Os AUs têm uma tendência de formar camadas mais finas, porosas e permeáveis que adesivos de 2 ou 3 passos, que são mais suscetíveis a inibição da polimerização pelo oxigênio. Além disso adesivos de passo único possuem uma maior quantidade

de solvente e água em sua composição, que tendem a reduzir a boa copolimerização dos monômeros adesivos levando a separação de fases. Esses fatores podem comprometer a estrutura polimérica da camada adesiva, e a longo prazo gerar um aumento na degradação da camada, resultando em uma diminuição na força de adesão (Reis et al.³⁹ 2008; Sezinando et al.⁴⁰ 2015). Quando as fibrilas colágenas não estão completamente encapsuladas pela cadeia polimérica de adesivos, espaços nanométricos são formados por toda a camada híbrida camada (Osorio et al.⁴¹ 2008).

Uma alternativa clínica para estes problemas é a aplicação de uma camada hidrofóbica sobre os adesivos universais. Esta camada adicional tem o objetivo de aumentar a espessura e a uniformidade da camada adesiva, bem como reduzir a passagem de fluidos pela camada polimerizada (Ermis et al.¹⁴ 2019; Perdigão et al.¹⁶ 2020). A sequência de polimerização destas camadas gera algumas controvérsias na literatura. Enquanto existem estudos que defendem que a polimerização deve ser feita de maneira separada (primeiramente realizada pelo adesivo universal seguido pela camada hidrofóbica) devido a possível incapacidade de evaporação completa dos solventes (Ermis et al.¹⁴ 2019; Zheng et al.⁴² 2001) existem estudos que realizaram a polimerização das camadas de forma única, e obtiveram bons resultados (Muñoz et al.¹² 2014; Sezinando et al.⁴⁰ 2015).

Apesar de todas estas informações positivas sobre a aplicação de uma CH sobre AUs, ainda existem alguns estudos que não observaram melhora na efetividade da adesão com uma CH (De Vito Moraes et al.¹⁵ 2011). Entretanto, existem diferentes camadas adesiva hidrofóbicas com diferentes composições. Uma das diferenças mais importantes entre elas, seria a presença de monômeros funcionais como o MDP na composição. O MDP tem a capacidade de se ligar quimicamente a hidroxiapatita, realizando uma ligação forte com a estrutura dental, e desta maneira aumentando a força de adesão.

Baseado no exposto, o objetivo deste trabalho é avaliar o efeito da presença de MDP nos sistemas adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas e após termociclagem a dentina *in vitro*. A hipótese nula é que não há diferença entre as camadas aplicadas sobre os sistemas adesivos e os controles sem a camada hidrofóbica.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas e após envelhecimento térmico à dentina.

3.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

- Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais na resistência de união imediata e após envelhecimento térmico à dentina através do teste de microtração.

- Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais na nanoinfiltração imediata e após envelhecimento térmico à dentina por microscopia eletrônica de varredura.

- Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrofóbica contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais no grau de conversão à dentina por espectroscopia por Micro-Raman.

4. MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo foi aprovado pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa, com parecer sob número 6.142.816 (anexo A).

4.1 CÁLCULO AMOSTRAL

Para o cálculo amostral foi utilizada a plataforma <http://www.sealedenvelope.com>. O desfecho principal do presente estudo foi o aumento da efetividade da adesão imediata e após termociclagem à dentina. Um estudo prévio de nosso grupo de pesquisa mensurou que o Prime&Bond Universal (Dentsply Sirona, Estados Unidos, Carolina do Norte) apresenta uma média de valores de microtração de 55 MPa com desvio padrão de 5 (Gutiérrez et al. ⁴³ 2022). Buscando detectar uma diferença de 8 MPa entre as médias dos grupos em estudo, com um poder de 80% e um alfa de 5%, foi necessária uma amostra de no mínimo 8 dentes por grupo.

4.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

O presente estudo foi delineado para avaliação de 4 fatores principais: I) Sistema adesivo, em 2 níveis (Prime&Bond Universal [Dentsply Sirona, Estados Unidos, Carolina do Norte] e AllBond Universal [Bisco, Estados Unidos, Illinois]; II) Estratégia adesiva, em 2 níveis CL e AC); III) Camada hidrofóbica, em 3 níveis (com 10-MDP [Bond, Clearfil SE Bond, Kuraray, Japão] e sem 10-MDP [Scotchbond Multiuso, 3M, Estados Unidos, Minnesota]); e IV) Tempo, em 2 níveis (Imediato e após termociclagem). Noventa e seis molares foram divididos aleatoriamente em 12 grupos experimentais (n=8), considerando os fatores I, II e III. Para o fator tempo, palitos do mesmo dente foram selecionados aleatoriamente e testados imediatamente (24 h) e após envelhecimento por termociclagem.

4.3 SELEÇÃO DOS DENTES

Para realização deste estudo, foram selecionados 96 molares hígidos permanentes, que foram obtidos através do Banco de Dentes Humanos da UEPG via documentação específica. Foram incluídos terceiros molares hígidos, excluindo dentes que apresentarem defeitos visíveis a olho nu, como restaurações ou

acometimento por cárie. Previamente ao início, os dentes foram limpos manualmente com curetas periodontais e aparelho de ultrassom, e posteriormente armazenados em água destilada a uma temperatura de 37°C.

4.4 PREPARO DOS ESPÉCIMES

Os dentes selecionados passaram por uma remoção do esmalte oclusal com o auxílio de uma politriz (marca, cidade, país) e utilizando uma lixa de carbetto de silício de granulação #180 (3M, St. Paul, MN, Estados Unidos), sob irrigação constante até a completa remoção do esmalte oclusal. Em seguida o foi removido o esmalte lateral com uma ponta diamantada n°4137 (KG Sorensen, Barueri, SP, Brazil) em alta rotação. Para confirmação da remoção completa do esmalte, foi realizada microscopia com uma ampliação de 10 x (Lambda LEB-3, ATTO instrumentos, Hong Kong, China). Logo após, as superfícies de dentina foram lixadas com lixas de granulação #600 (3M, St. Paul, MN, Estados Unidos) em uma politriz por 1 min sob refrigeração, eliminando quaisquer remanescentes de esmalte e padronizando a camada de *smear layer* em todos os grupos (figura 2).

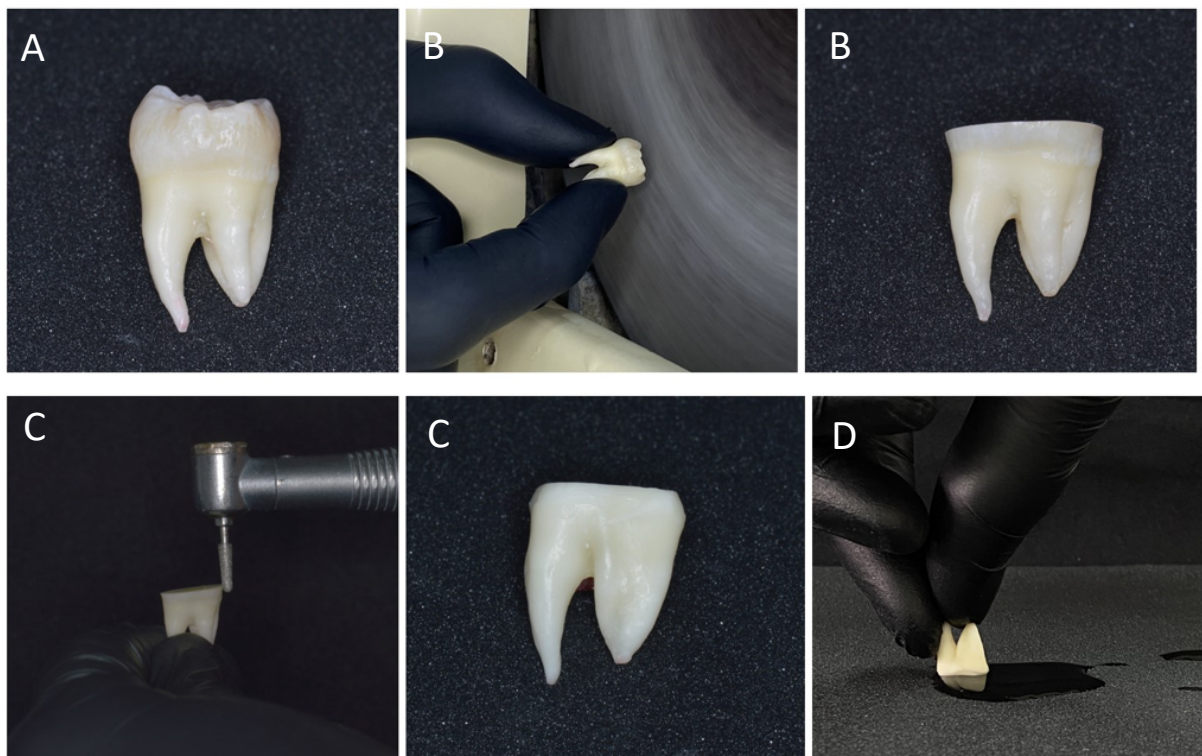


Figura 1. Preparo da superfície de dentina. (A) dente hígido; (B) desgaste oclusal e exposição de dentina; (C) desgaste de todas as bordas periféricas de esmalte; (D) padronização da smear layer.

Fonte: O autor.

4.5 PROTOCOLO ADESIVO

Para todos os grupos, o protocolo adesivo foi realizado de acordo com instruções do fabricante, aplicando tanto na estratégia CL como AC. Em seguida a camada hidrofóbica foi aplicada, e uma única fotoativação das duas camadas foi realizada ao final do protocolo adesivo, conforme protocolos já estabelecidos na literatura (Ahmed et al. ¹³ 2020; Ahmed et al. ⁴⁴ 2019). Todo protocolo adesivo foi realizado por um único operador calibrado. Os materiais utilizados, bem como suas composições químicas e técnicas de aplicação encontram-se na tabela 1 e ilustrados na figura 2.

Tabela 1: Materiais utilizados no estudo e respectivas composições

(continua)

Material	Composição	Modo de aplicação
Prime&Bond Universal (Dentsply Sirona,) <i>pH=2.5</i>	10-MDP, Bis-GMA, PENTA, isopropanol, água, iniciadores, estabilizadores.	1.Aplicar uma camada durante 20 segundos. 2.Secar com jato de ar durante 10 segundos. 3. Fotopolimerizar durante 10 segundos.
AllBond Universal (Bisco) <i>pH=3.1</i>	10-MDP, Bis-GMA, HEMA, álcool, água, iniciadores, estabilizadores.	1.Aplicar duas camadas durante 10 segundos. 2.Secar durante 10 segundos. 3 Fotopolimerizar durante 10 segundos.
Clearfil SE Bond (kuraray) <i>pH=2.0</i>	10-MDP, Bis-GMA (25-45%), HEMA (20-40%), iniciadores.	1.Aplicar uma fina camada sobre os adesivos universais. 2. Aplicar o jato de ar para uniformizar as camadas. 3.Fotopolimerizar durante 10 segundos.
Scotch Bond Multipurpose (3M)	Bis-GMA, Hema, iniciadores	1.Aplicar uma fina camada sobre os adesivos universais. 2. Aplicar o jato de ar para uniformizar as camadas. 3.Fotopolimerizar durante 10 segundos.

Tabela 1: Materiais utilizados no estudo e respectivas composições

(conclusão)

Resina Opallis (FGM)	Bis-GMA (60–70%), HEMA (30–40%), canforoquinona e iniciadores.	1. Inserir incrementos de no máximo 1,5 mm, tempo de Fotopolimerização por 40 segundos.
-----------------------------	--	---

Abreviações: Bis-GMA: bisfenol-A glicidil metacrilato; HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; 4-META: anidrido trimelitato de 4-metacriloxietila; 10-MDP: 10- metacrililoioxidecil dihidrogenofosfato; PENTA: fosfato de penta-acrilato de dipentaeritritol.

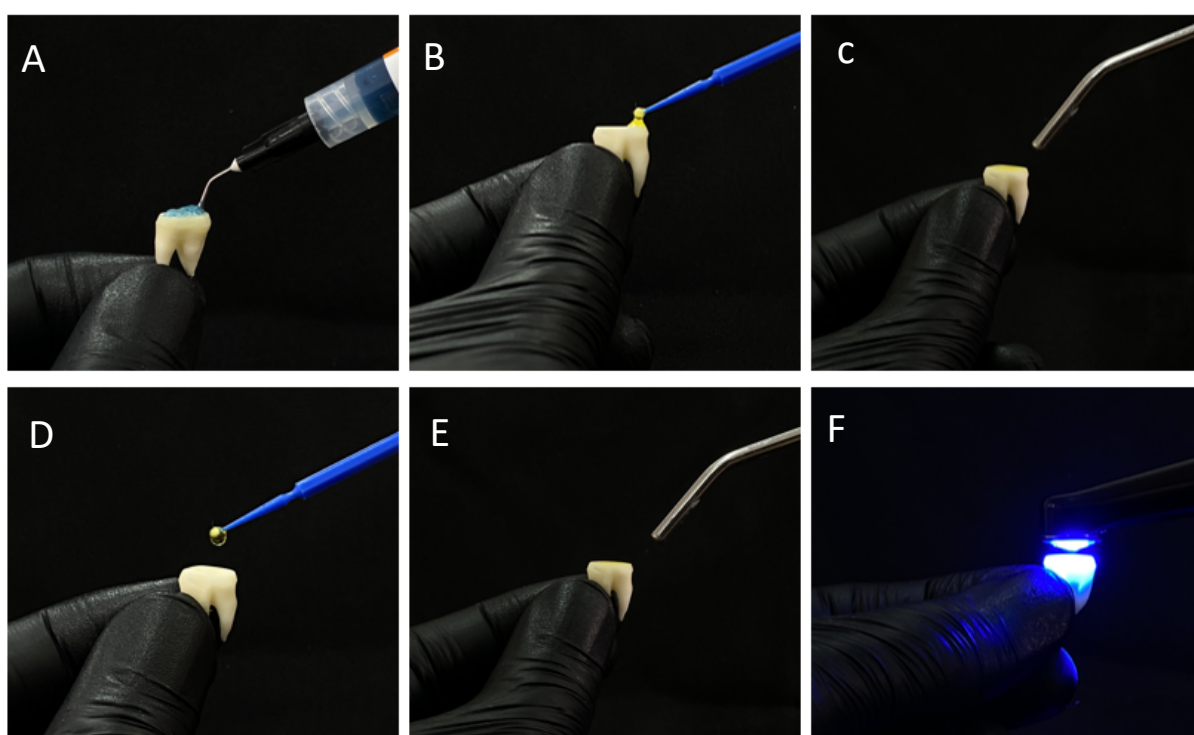


Figura 2. Protocolo adesivo (A) Aplicação de ácido fosfórico; (B) Aplicação do sistema adesivo universal; (C) Aplicação de jato de ar; (D) Aplicação da camada hidrofóbica; (E) Aplicação de jato de ar; (F) Fotopolimerização.

Fonte: O autor.

4.6 PREPARO DAS RESTAURAÇÕES

Após o protocolo adesivo foi realizada a restauração em resina composta (Opallis, FGM, Joinville, Brasil) com incrementos de 2 mm até atingir a altura final de 5 a 6 mm. Cada incremento foi polimerizado por 40 segundos com uma unidade de polimerização de LED1200 mW/cm² (Valo, Ultradent, South Jordan, Estados Unidos, Utah) (figura 2). Os espécimes preparados foram armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C.

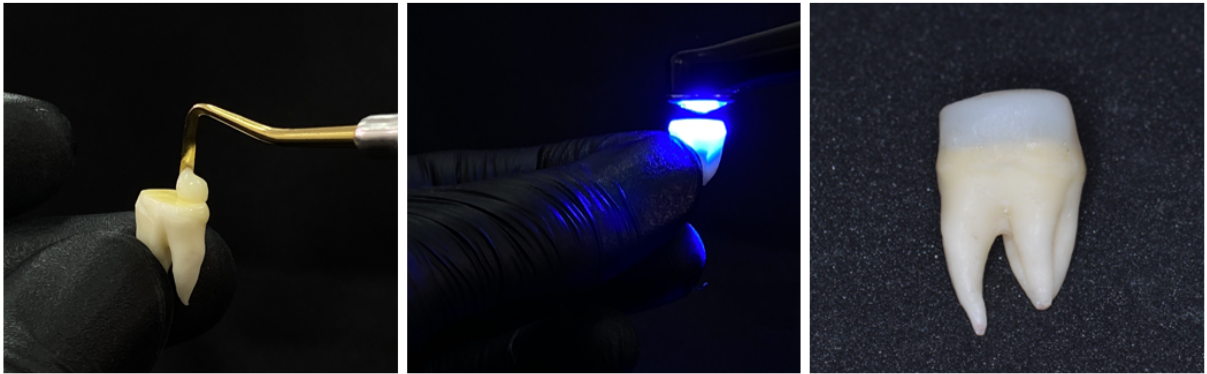


Figura 3. Protocolo Restaurador (A) Inserção da resina composta; (B) Fotopolimerização; (C) Restauração finalizada.

Fonte: O autor.

4.7 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os espécimes foram fixados em um dispositivo para máquina de corte Isomet (Isomet, Buehler, LakeBluff, IL, EUA) e cortados com um disco diamantado sob refrigeração constante a 300 rpm (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) nos sentidos méso-distal e vestibulo-lingual formando “palitos” de resina e dentina com uma área de aproximadamente 0,8 mm². Cada palito foi avaliado em microscopia óptica com um aumento de 40x, no intuito de verificar a interface adesiva perpendicular ao longo eixo dos palitos (figura 2). Estes palitos foram divididos para 3 diferentes testes: resistência de união (maioria dos palitos obtidos para cada grupo experimental), nanoinfiltração (3 palitos por dente em cada grupo experimental) e grau de conversão (3 palitos por dente em cada grupo experimental).

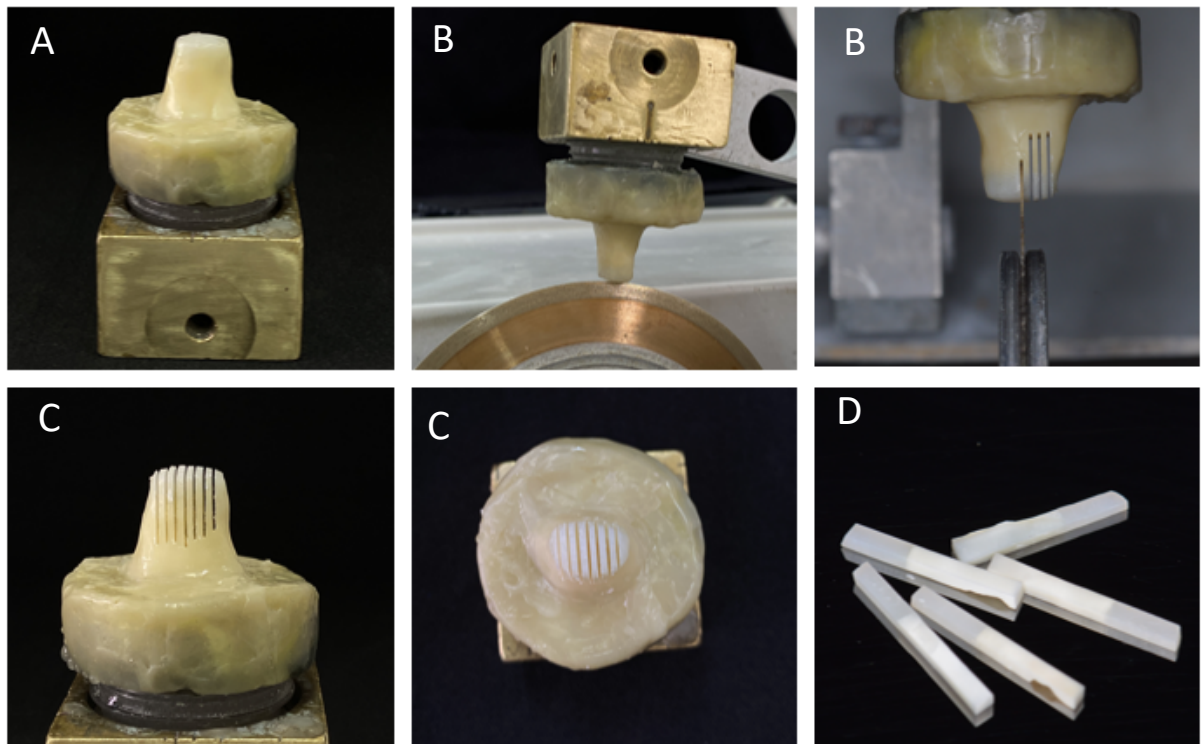


Figura 4. Preparo dos corpos de prova (A) Espécime fixado no dispositivo; (B) Corte da amostra; (C) Fatias cortadas no sentido Vestíbulo-lingual; (D) Palitos de resina e dentina.

Fonte: O autor.

4.8 TERMOCICLAGEM

Os corpos de prova não utilizados nos testes imediatos, passaram pelo processo de termociclagem. Os palitos foram então armazenados em cassetes de plástico, e levados a termocicladora OMC (300TS, Odeme Dental Research, Joaçaba, SC, Brazil) por 10000 ciclos de 30 segundos em cubas de 5 °C até 55 °C (Zhang et al. ⁴⁵ 2014). Após os ciclos, os corpos de prova foram submetidos aos testes de microtração e nanoinfiltração.

4.9 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROTRAÇÃO (RU)

As áreas de secção transversal (mm²) da interface adesiva dos “palitos” foram então mensuradas com um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Kanagawa, Tóquio, Japão) onde esses dados foram inseridos no programa de automatização da máquina de ensaios universais (Instron 3343; Instron Norwood, Mass, EUA). Em seguida os “palitos” foram acoplados individualmente em garras tipo Geraldeli (Odeme Biotechnology, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil), com cola a base de cianocrilato em gel (IC-Gel, bSi Inc., California, USA) visando desta maneira

posicionar a interface adesiva perpendicular ao longo eixo de tração. O dispositivo foi acoplado a máquina de ensaios universais e tracionados até a falha sob velocidade de 1mm/min com uma célula de carga de 10 N (Armstrong et al. 19 2010) (figura2).

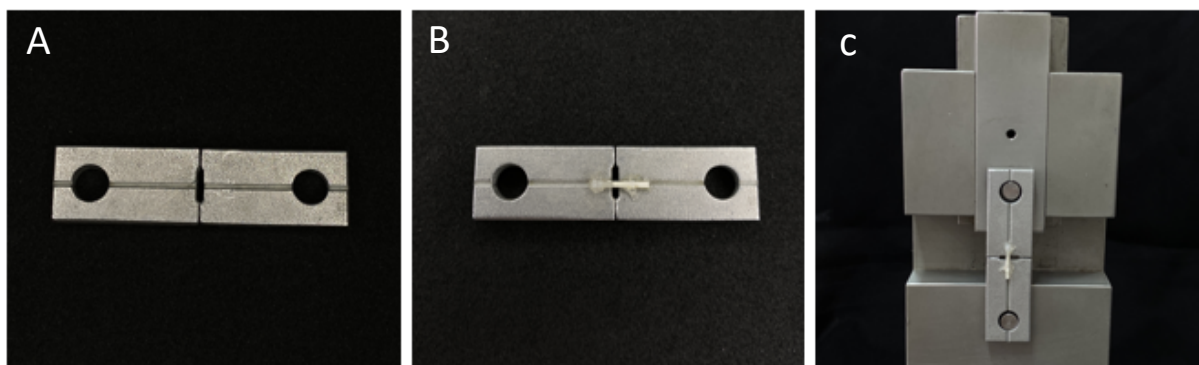


Figura 5. Teste de Microtração (A) Garras tipo Geraldini; (B) Fixação dos palitos nas garras; (C) Tracionamento na máquina de ensaios universais.

Fonte: O autor.

Os dados foram obtidos com o auxílio do programa de automatização da máquina Instron, que expressam os mesmos em Newton (N) e MegaPascal (MPa). Após teste de microtração, os palitos passaram por uma inspeção através de um microscópio com 100x de magnificação (Olympus SZ40, Shinjuku-ku, Tóquio, Japão) para classificação do tipo de falha: Coesiva em dentina ou resina (C) ou adesiva mista (A/M) ou falha prematura (PF).

4.10 TESTE DE NANOINFILTRAÇÃO (NI)

Três palitos de cada grupo que não foram utilizados para o teste de microtração foram selecionados aleatoriamente para análise da nanoinfiltração. Os palitos foram submersos em uma solução de nitrato de prata amoniacal 50% (pH=7,0) em um recipiente escuro por 24 horas. Em seguida os palitos foram lavados com água destilada abundantemente e na sequência foram submersos em uma solução reveladora (Rochester, Nova Iorque, EUA) durante 8 horas na presença de uma fonte de luz fluorescente para que houvesse a redução dos íons de prata ao longo das microporosidades na interface de união.

Depois de revelados, os “palitos” foram novamente enxaguados com água destilada e fixados em stubs de alumínio. Um polimento foi realizado com uso de lixas de água em granulações de #1000, #1200, #1500, #2000, #2500 e #4000 (3M, St.

Paul, MN, Estados Unidos) sob irrigação constante com água seguido de polimento final com discos de feltro com pasta diamantada (Diamond Excel, FGM, Joinville, Brasil). Após o polimento, foi realizada a limpeza em cuba ultrassônica durante 20 minutos seguida por secagem com jato de ar. Após remoção do excesso de água, as amostras foram dessecadas com sílica coloidal por 24 horas e após esse período, metalizadas com ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e levadas ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) (VEGA 3 TESCAN, Shimadzu, Tóquio, Japão) onde 3 fotomicrografias foram obtidas com aumento de 1200x da interface de união de cada palito e a porcentagem de nanoinfiltração presente na camada híbrida foi quantificada através de um software (Image J, National Institutes of Health, Wiconsin, Estados Unidos), realizados por um avaliador que desconhecia o grupo experimental de cada imagem (figura 2).

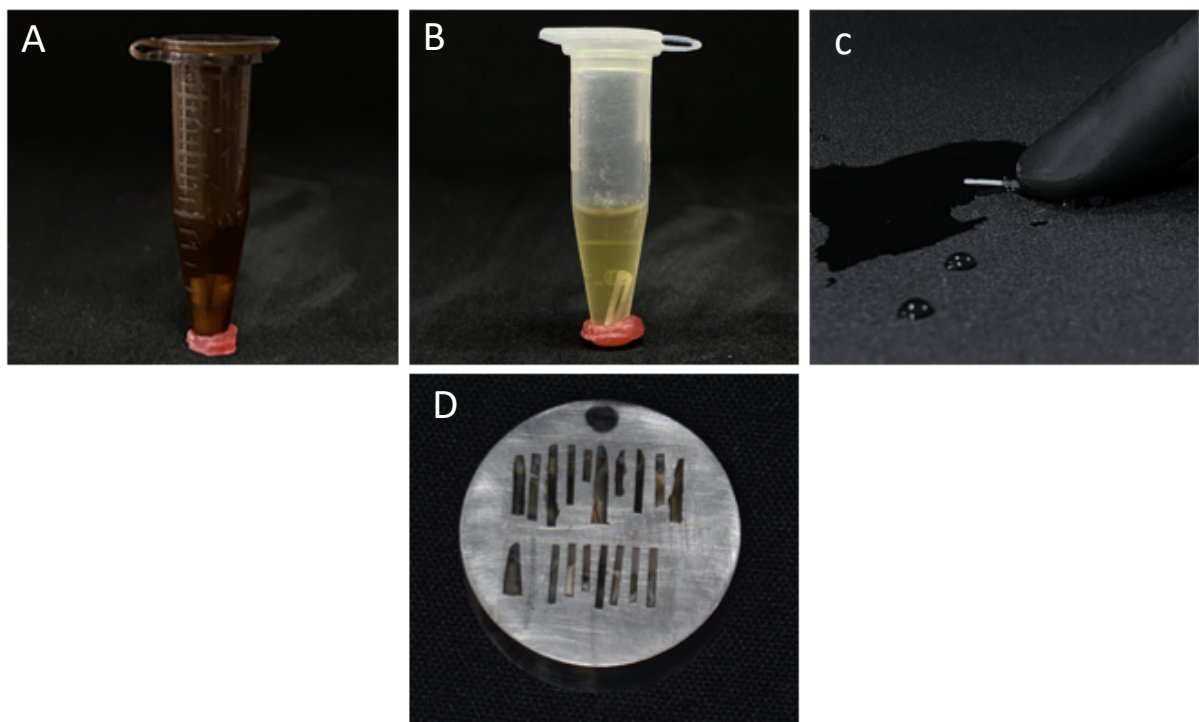


Figura 6. Teste de Nanoinfiltração (A) Imersão em nitrato de prata; (B) Imersão em solução reveladora; (C) Polimento final da amostra; (D) Fixação em stubs de alumínio.

Fonte: O autor.

4.11 ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO (GC)

Três palitos de cada dente para cada grupo experimental, que não foram utilizados nos testes anteriores, foram selecionados aleatoriamente para análise do grau de conversão. Os palitos selecionados foram submetidos a um polimento com lixas de granulação de #1500 e #2000 (3M, St. Paul, Minnessota, Estados Unidos) por um período de 30 segundos sob irrigação constante de água. Logo após foram lavados em cuba ultrassônica por 30 minutos e armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Para análise do GC, os corpos de prova foram levados ao espectrômetro de Raman (HORIBA Scientific, Nova York, Estados Unidos), que foi calibrado a zero e uma amostra de silicone foi usada para os valores coeficientes. Os espécimes foram avaliados sob os seguintes parâmetros: laser de Neônio com 532 nm de comprimento de onda a 20 mW de potência, resolução espacial de $\approx 3 \mu\text{m}$, resolução espectral de $\approx 5\text{cm}^{-1}$ com 30 segundos de tempo de acumulação e 5 co-adições em magnificação de 100x (Olympus UK, Londres, Reino Unido) para um laser de $\approx 1 \mu\text{m}$ de diâmetro. Os espectros foram obtidos da interface adesiva de sítios na região da camada híbrida e uma imagem digital de cada sítio foi obtida.

Para comparação do GC, espectros de adesivos não polimerizados foram utilizados como referência. Com os espectros obtidos, os dados foram processados com uso do software Opus Spectroscopy Software Version 6.5 (BrunkOpticGmbH, Ettlingen, BadenWürttemberg, Alemanha) para determinação dos valores da área integra dos picos registrados (Hass et al. 20 2013; Navarra et al. 21 2016). O grau de conversão foi calculado de acordo com a seguinte fórmula:

$$\text{GC \%} = 1 - \left\{ \frac{I_{\text{reat}}(p) / I_{\text{ref}}(p)}{I_{\text{reat}}(np) / I_{\text{ref}}(np)} \right\} \times 100\%$$

Sendo que “I reat” refere-se aos valores integrados do pico reativo e “I ref” aos valores integrados do pico de referência, p e np são, respectivamente, polimerizados e não polimerizados. Os picos alifáticos e aromáticos a serem empregados foram 1639 cm^{-1} e 1609 cm^{-1} .

4.12 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A unidade experimental do presente estudo foi o dente. Os valores obtidos para RU e NI de todos os palitos do mesmo dente foi a média para fins estatísticos.

Após a confirmação da normalidade com o teste de Kolmogorov-Smirnov, os valores obtidos para RU, NI foram submetidos a um teste de variância de 4 fatores (adesivo [2 níveis] x estratégia [2 níveis] x camada hidrofóbica [2 níveis] x tempo [2 níveis]). Para os resultados de GC, foram submetidos a um teste de variância de 3 fatores (adesivo [2 níveis] x estratégia [2 níveis] x camada hidrofóbica [2 níveis]). Para todos os testes, a fim de determinar a diferença par-a-par entre os grupos, foram submetidos ao teste de Tukey $p < 0.05$.

5. RESULTADOS

5.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO (RU)

O padrão de falha mais comum foi o tipo adesiva/mista em todos os grupos experimentais (Tabela 2). A média da área de seção transversal dos palitos no presente estudo foi de $0,9 \pm 0,2 \text{ mm}^2$. Apesar dos valores da área de seção transversal estarem de acordo com Armstrong et al. 2017, o efeito da área de seção transversal nos valores de μTBS entre os grupos foi avaliado. Nenhuma diferença significativa foi observada.

Não houve diferença significativa quanto a interação entre os 4 fatores ($p > 0,32$). No entanto, uma diferença significativa foi observada quanto a interação de 2 fatores (camada hidrofóba vs. tempo) (Tabela 3; $p < 0,000001$). No tempo imediato, para ambos os adesivos e estratégias, a aplicação de uma camada hidrofóbica aumentou os valores de μTBS quando comparado ao grupo controle (sem camada hidrofóbica; Tabela 3; $p < 0,000001$). No entanto, o uso de uma camada hidrofóbica contendo-MDP mostrou valores de μTBS mais altos quando comparado ao uso de uma camada sem-MDP (Tabela 3; $p < 0,000001$), com exceção do Prime&Bond Active após termociclagem. Após 10000 ciclos em termocicladora, para todos os grupos ocorreu uma diminuição significativa nos valores de μTBS quando comparado aos valores imediatos (Tabela 3; $p < 0,000001$). No entanto, o uso de uma camada hidrofóbica contendo-MDP mostrou valores de μTBS mais altos quando comparado ao uso de uma camada hidrofóbica sem-MDP ou grupos de controle após termociclagem (Tabela 3; $p < 0,000001$). Além disso, o uso de uma camada hidrofóbica sem-MDP mostrou valores de μTBS mais altos quando comparado ao grupo controle (Tabela 3; $p < 0,000001$), com exceção do Prime&Bond Active no modo AC.

Tabela 2. Porcentagens (%) dos tipos de fratura das interfaces resina-dentina obtidas após o teste de resistência de união à microtração em cada condição experimental.

Modo de falha		Controle						CH sem 10-MDP						CH com 10-MDP					
		CL			AC			CL			AC			CL			AC		
		A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP	A/M	C	FP
All Bond Universal	Imediato	66 (91,67)	6 (8,33)	0 (0)	58 (11,76)	8 (85,29)	2 (2,94)	54 (90)	6 (10,00)	0 (0)	68 (94,44)	4 (5,56)	0 (0)	58 (93,55)	4 (6,45)	0 (0)	50 (89,29)	6 (10,71)	0 (0)
	Termociclado	60 (83,33)	9 (12,5)	3 (4,17)	60 (83,33)	9 (12,50)	3 (4,17)	44 (95,65)	2 (4,35)	0 (0)	57 (79,17)	15 (20,83)	0 (0)	56 (70,00)	20 (25,0)	4 (5,0)	38 (90,48)	4 (9,52)	0 (0)
Prime&Bond Active	Imediato	72 (88,89)	9 (11,11)	0 (0)	62 (88,89)	8 (11,11)	0 (0)	52 (89,66)	6 (10,34)	0 (0)	56 (87,50)	8 (12,50)	0 (0)	50 (89,29)	6 (10,71)	0 (0)	48 (92,31)	4 (7,69)	0 (0)
	Termociclado	54 (78,26)	15 (21,74)	0 (0)	65 (86,67)	5 (6,67)	5 (6,67)	57 (82,61)	9 (13,04)	3 (4,35)	46 (92,00)	4 (8,00)	0 (0)	54 (90,00)	3 (5,00)	3 (5,00)	48 (100,00)	0 (0)	0 (0)

(*) C: coesiva, A: adesiva, M: mista FP: falha prematura.

Tabela 3. Médias e desvios-padrão da resistência de união à microtração (MPa) obtida em cada condição experimental.

Adesivo	Tratamento	Controle		CH sem MDP		CH com MDP	
		CL	AC	CL	AC	CL	AC
All Bond Universal	Imediato	43,1 ± 4,9 C	43,4 ± 5,2 C	46,6 ± 5,3 B	48,9 ± 4,6 B	57,6 ± 5,1 A	52,3 ± 5,0 A
	Termociclado	31,9 ± 7,9 D	31,2 ± 7,2 D	41,8 ± 7,9 C	41,2 ± 7,2 C	44,9 ± 5,1 B,C	42,9 ± 8,4 C
Prime&Bond Active	Imediato	46,9 ± 5,4 B	50,0 ± 5,2 B	48,8 ± 4,9 B	52,8 ± 4,6 AB	52,7 ± 5,6 A	55,8 ± 2,5 A
	Termociclado	35,2 ± 8,0 D	31,5 ± 7,5 D	41,6 ± 6,9 C	40,9 ± 7,8 C	45,9 ± 6,6 B	44,3 ± 6,7 B,C

(*) As comparações são válidas apenas dentro de cada coluna ou fileira. As médias identificadas com as mesmas letras maiúsculas (coluna) ou minúsculas (fileira) são estatisticamente similares (teste de Tukey, $p \geq 0,05$).

5.2 AVALIAÇÃO DA NANOINFILTRAÇÃO (NI)

Os dados de nanoinfiltração (NI) na interface de união à dentina estão apresentados na Tabela 4. No tempo imediato, para ambos os adesivos e estratégias, a aplicação de uma CH diminui os valores de NI quando comparado ao grupo controle (sem CH), independentemente da presença de MDP na CH (Tabela 4; $p < 0,000001$). Após a termociclagem, para todos os grupos ocorreu uma diminuição significativa nos valores de NI quando comparado aos valores imediatos (Tabela 4; $p < 0,000001$). No entanto, o uso de uma CH contendo ou não contendo-MDP mostrou valores de NI mais baixos quando comparado aos grupos de controle (Tabela 4; $p < 0,000001$), independentemente dos adesivos ou estratégias.

Tabela 4. Médias e desvios-padrão da nanoinfiltração (%) obtida em cada condição experimental.

Adesivo	Tratamento	Controle		CH sem MDP		CH com MDP	
		CL	AC	CL	AC	CL	AC
All Bond Universal	Imediato	6,0 ± 1,2 C	6,1 ± 1,7 C	2,6 ± 1,3 A	1,9 ± 0,8 A	1,3 ± 0,6 A	2,0 ± 1,0 A
	Termociclado	8,1 ± 1,0 D	7,4 ± 0,7 D	3,7 ± 0,4 B	3,1 ± 0,9 B	3,4 ± 1,1 B	3,6 ± 1,3 B
Prime&Bond Active	Imediato	5,9 ± 2,0 C	6,6 ± 1,7 C	1,9 ± 0,6 A	1,4 ± 0,4 A	0,6 ± 0,4 A	0,4 ± 0,2 A
	Termociclado	8,6 ± 2,4 D	8,4 ± 1,5 D	3,6 ± 1,0 B	3,2 ± 0,9 B	2,5 ± 1,1 B	2,2 ± 1,4 B

(*) As comparações são válidas apenas dentro de cada coluna ou fileira. As médias identificadas com as mesmas letras maiúsculas (coluna) ou minúsculas (fileira) são estatisticamente similares (teste de Tukey, $p \geq 0,05$).

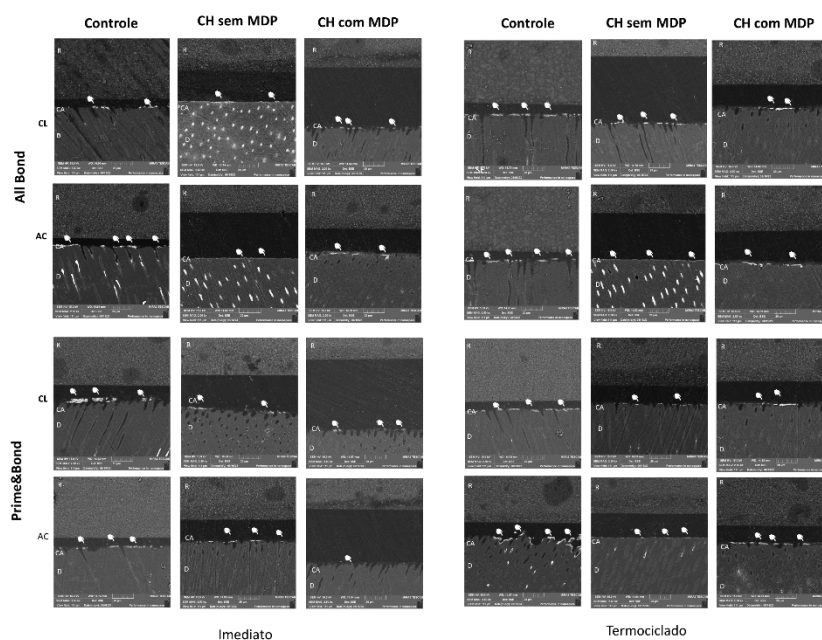


Figura 7: Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (2500X) para cada condição experimental. R, resina; CA, camada adesiva; D, dentina.

Fonte: O autor.

5.3 AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO (GC)

Os resultados de grau de conversão uma diferença significativa foi observada no fator principal “CH” (Tabela 5; $p < 0,00002$). A aplicação de uma CH aumentou os valores de GC quando comparado ao grupo controle (sem CH; Tabela 5; $p < 0,00002$).

No entanto, o uso de uma camada hidrofóbica contendo-MDP mostrou valores de GC mais altos quando comparado ao uso de uma CH sem-MDP (Tabela 5; $p < 0,00002$).

Tabela 5. Médias e desvios-padrão do grau de conversão (%) obtida em cada condição experimental.

Adesivo	Estratégia	Controle	CH sem MDP	CH com MDP
All Bond Universal	CL	49,9 ± 5,9 C	51,6 ± 2,9 B	58,8 ± 5,4 A
	AC	48,9 ± 2,4 C	50,1 ± 2,0 B	55,7 ± 2,9 A
Prime&Bond Active	CL	52,4 ± 3,8 C	53,2 ± 4,0 B	56,0 ± 5,8 A
	AC	50,0 ± 5,2 C	52,8 ± 4,6 B	55,8 ± 2,5 A

(*) As comparações são válidas apenas dentro de cada coluna ou fileira. As médias identificadas com as mesmas letras maiúsculas (coluna) ou minúsculas (fileira) são estatisticamente similares.

6. DISCUSSÃO

Atualmente, a aplicação de uma camada hidrofóbica logo após AUs, tem sido uma técnica amplamente recomendada para melhorar performance adesiva desses materiais à dentina (Ahmed et al. ¹³ 2020; De Vito Moraes et al. ¹⁵ 2011; Ahmed et al. ⁴⁴ 2019; Albuquerque et al. ⁴⁷ 2008; Perdigão et al. ⁴⁸ 2014). No presente estudo, dois adesivos universais foram utilizados e a aplicação de duas diferentes camadas foi realizada, uma contendo 10-MDP e a outra não. Como esperado, o grupo controle demonstrou uma qualidade inferior nas propriedades adesivas (μ TBS, GC e NI), entretanto, apesar dos valores de NI não demonstrarem diferenças entre as CHs, uma diferença significativa foi observada favorecendo a CH com 10-MDP para GC e μ TBS para ambos os adesivos no tempo imediato, levando a uma rejeição parcial da hipótese nula.

É sabido que um maior grau de conversão dos monômeros está diretamente relacionado a melhores propriedades mecânicas (Navarra et al. ⁴⁹ 2012; Cadenaro et al. ⁵⁰ 2019; Wendlinger et al. ⁵¹ 2023), porém essa conversão não depende apenas da fotoativação, mas também de características dos materiais utilizados (Nagarkar et al. ⁵² 2019). Como mencionado na introdução, para que os AUs conseguissem ter uma versatilidade quanto as técnicas de condicionamento, foi necessário um aumento na quantidade de solventes na composição destes adesivos (Yiu et al. ⁸ 2005; Luque-Martinez et al. ⁵³ 2014), o que pode levar a uma maior quantidade de solventes residuais na camada adesiva, interferindo diretamente no processo de polimerização, como demonstrado em estudos prévios (Sezinando et al. ⁴⁰ 2015; Luque-Martinez et al. ⁵³ 2014; Wendlinger et al. ⁵⁴ 2023), bem como pelos resultados do presente estudo, onde o grupo controle apresentou valores inferiores de GC e μ TBS no tempo imediato. Entretanto, quando foi aplicada uma CH sobre os AUs um aumento significativo foi observado para todos os grupos experimentais.

A aplicação de uma CH adiciona monômeros hidrofóbicos na interface adesiva e diminui a concentração relativa de solventes na camada adesiva (Loguercio et al. ⁹ 2009; Sezinando et al. ⁴⁰ 2015; Breschi et al. ⁵⁵ 2008), o que é um dos principais fatores que pode contribuir com o maior grau de conversão dos monômeros, aumentando consequentemente o μ TBS (Loguercio et al. ⁹ 2009). Contudo, apesar de ambas as CHs serem efetivas em aumentar o GC, a camada que contém 10-MDP demonstrou melhores resultados de GC comparado a camada sem 10-MDP. Em

resumo, o 10-MDP é adicionado a composição de AUs devido a sua capacidade de promover uma adesão química com a hidroxiapatita presente na dentina (Hiraishi et al.⁵⁶ 2013; Yuan et al.⁵⁷ 2021). Entretanto, a estrutura molecular deste monômero funcional compreende grupos alifáticos C=C que estão envolvidos na polimerização de materiais resinosos (Hiraishi et al.⁵⁶ 2013). Portanto, hipotetizamos que a aplicação de uma CH que contenha 10-MDP tem a capacidade de saturar a camada adesiva com 10-MDP, em que os grupos alifáticos C=C do 10-MDP da CH poderiam se conjugar eficientemente durante a polimerização dos AUs, dessa forma, uma redução dos grupos C=C possibilitou um aparente aumento do GC (Sato et al.⁵⁸ 2014) e melhora da performance de μ TBS. É importante ressaltar que embora a CH com 10-MDP seja efetiva em melhorar os valores de GC e μ TBS, não foi observada diferença entre as CH na NI, revelando que a aplicação de qualquer CH pode ter a capacidade de limitar a difusão de água através da camada híbrida pela interface adesiva (de Brito et al.¹⁰ 2022).

Apesar destes desfechos imediatos promissores, os resultados mais importantes do presente estudo são após envelhecimento térmico. Como esperado, após a termociclagem, houve uma redução dos valores de μ TBS, bem como um aumento dos valores de NI (Muñoz et al.¹² 2014; El-Araby e Talic⁵⁹ 2007) para todos os grupos, porém de maneira mais significativa nos grupos controle. Apesar do exato mecanismo que causa a degradação da camada híbrida não ser completamente elucidado, é bem estabelecido que a camada híbrida se degrada por hidrólise e lixiviação dos monômeros resinosos hidrofílicos partindo principalmente dos espaços interfibrilares e da desorganização e solubilização das fibrilas colágenas (Frassetto et al.⁶⁰ 2016). Quando os monômeros adesivos não encapsulam completamente as fibrilas colágenas, nano-canais são formados por toda a camada híbrida e dentina desmineralizada (Tay et al.⁶¹ 2005), gerando áreas vazias que acabam por comprometer a integridade adesiva, uma vez que ficam mais suscetíveis a degradação. Adicionalmente, interfaces formadas por adesivos simplificados tem a tendencia de formarem membranas permeáveis (Loguercio et al.⁹ 2009; Chen et al.⁶² 2015) permitindo o fluxo de fluidos dentinários até a superfície, onde são acumuladas gotículas. Entretanto, para a maioria dos grupos onde uma CH foi aplicada uma melhor performance foi observada comparada com os grupos controle.

A aplicação de uma CH subsequentemente a aplicação de adesivos simplificados é consistentemente relacionada com a diminuição da degradação da camada adesiva em estudos laboratoriais (Ahmed et al.¹³ 2020; Ermis et al.¹⁴ 2019; Ahmed et al.⁴⁴ 2019). As razões podem ser associadas aos efeitos benéficos da hidrofobicidade mais alta, polimerização mais eficiente, e uma melhor formação da cadeia polimérica (Hass et al.⁶³ 2013) e a uma camada adesiva mais espessa, com a capacidade de proteger a interface da degradação hidrolítica (Muñoz et al.¹² 2014; Reis et al.³⁹ 2008). Curiosamente, não foi observada diferença entre as CHs contendo ou não 10-MDP nos testes de μ TBS e NI para a maioria dos grupos experimentais, levando a aceitação parcial da hipótese nula.

Era esperado que além do aumento do GC nos AUs, o 10-MDP presente na CH fosse capaz de penetrar na camada híbrida e gerar uma adesão química extra com o cálcio presente nos tecidos dentais, mas infelizmente o 10-MDP aparenta ficar limitado a camada adesiva. Na verdade, quando observamos a estrutura do 10-MDP, é plausível que esta penetração não ocorra devido a este monômero possuir uma cadeia hidrofóbica longa e espaçada, sem a capacidade de difusão nos componentes do adesivo universal e da CH (Feitosa et al.⁶⁴ 2014; Takahashi⁶⁵ 2014; Carrilho et al.⁶⁶ 2019).

Contudo, adicionalmente a presença ou não de 10-MDP, outros componentes das CHs utilizadas neste estudo podem ter um papel importante nos resultados de longevidade semelhantes. De acordo com os fabricantes das CHs, a camada sem 10-MDP (adesivo do ScotchBond Multiuso) tem um porcentagem alta de bisfenol glicidil metacrilato (Bis-GMA) do que a camada que contém 10-MDP (adesivo do Clearfil SE Bond) sendo 60-70% e 25-45% respectivamente (3M⁶⁷ 2018; Kuraray⁶⁸ 2023). Sendo assim, uma vez que a CH que contem 10-MDP aumenta o GC através da combinação dos grupos alifáticos C=C com adesivos universais (Tichy et al.⁶⁹ 2020), a CH sem 10-MDP compensou a falta do 10-MDP sendo mais hidrofóbico, reduzindo as chances de sorção de água (Muñoz et al.¹² 2014; Ahmed et al.⁴⁴ 2019), o que pode justificar a mesma taxa de degradação para ambas as CH, já que a os mesmos valores de NI foram observados após envelhecimento térmico.

É importante mencionar que para o PBU no modo CL com a CH contendo 10-MDP, valores mais altos foram observados de μ TBS após envelhecimento térmico. Uma vez que este aumento de μ TBS não pode ser associado ao tipo de CH aplicada, conforme discutido previamente, podemos atribuir esta melhora a forma de aplicação

do adesivo. Ao contrário do ABU, que deve ser aplicado ativamente por 10 segundos (Bisco ⁷⁰ 2016), PBU tem sua aplicação recomendada pelo fabricante com uma aplicação ativa de 20 segundos (Dentsply ⁷¹ 2015). Se sabe que no modo CL, a superfície dentinária é condicionada com ácido fosfórico que leva a uma desmineralização profunda (Siqueira et al. ⁷² 2019), desta forma, a aplicação do adesivo por um maior período de tempo melhora a penetração dos monômeros, permitindo com que haja uma melhor encapsulação das fibras colagem em sua extensão, o que acaba sendo essencial para longevidade da restauração (Saikaew et al. ⁷³ 2016), indo que encontro com estudos anteriores, onde relataram uma maior capacidade de penetração dos monômeros resinoso na dentina quando adesivos são aplicados por um período mais longo (Saikaew et al. ⁷⁴ 2018), o que resultando em menos fibrilas colágenas desprotegidas e menor degradação ao longo do tempo.

Existem algumas limitações no presente estudo. Apesar do processo de termociclagem simular flutuações de temperaturas que as restaurações são submetidas no ambiente oral, este processo não replica completamente as condições dinâmicas encontradas durante a mastigação, sendo necessário ensaios clínicos randomizados para esclarecer estas hipóteses discutidas. Além disso, apenas dois AUs foram testados neste estudo. Como a performance clínica dos UAs é material-dependente, os resultados obtidos neste estudo não devem ser extrapolados a outros adesivos universais (Dreweck et al. ⁷⁵ 2021).

Em resumo, baseado nas limitações deste trabalho, a presença ou não de 10-MDP na CH aparenta não influenciar na manutenção das propriedades adesivas de AUs, sendo a presença de uma CH mais importante que sua composição.

7. CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo *in-vitro*, a adição de uma CH sobre UAs melhorou as propriedades adesivas a dentina imediatamente e após envelhecimento térmico. A presença de 10-MDP na CH aparenta melhorar algumas propriedades imediatas, mas após envelhecimento térmico, não foram observadas diferenças.

REFERÊNCIAS

1. Lynch CD, Opdam NJ, Hickel R, Brunton PA, Gurgan S, Kakaboura A, et al. Guidance on posterior resin composites: Academy of Operative Dentistry - European Section. *J Dent*. 2014; Apr;42(4):377-83.
2. Ástvaldsdóttir Á, Dagerhamn J, van Dijken JW, Naimi-Akbar A, Sandborgh-Englund G, Tranæus S, et al. Longevity of posterior resin composite restorations in adults – A systematic review. *J Dent*. 2015; Aug;43(8):934-54.
3. Righolt AJ, Jevdjevic M, Marcenes W, Listl S. Global-, Regional-, and Country-Level Economic Impacts of Dental Diseases in 2015. *J Dent Res*. 2018; May;97(5):501-7.
4. Alex G. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compend Contin Educ Dent*. 2015; Jan;36(1):15-26; quiz 8, 40.
5. Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Yoshida Y, Van Meerbeek B. Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *J Dent Res*. 2018; Aug;97(9):1010-6.
6. Oliveira B, Ulbaldini A, Sato F, Baesso ML, Bento AC, Andrade L, et al. Chemical Interaction Analysis of an Adhesive Containing 10-Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate (10-MDP) With the Dentin in Noncarious Cervical Lesions. *Oper Dent*. 2017; Jul/Aug;42(4):357-66.
7. Josic U, Maravic T, Mazzitelli C, Radovic I, Jacimovic J, Del Bianco F, et al. Is clinical behavior of composite restorations placed in non-carious cervical lesions influenced by the application mode of universal adhesives? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*. 2021; Nov;37(11):e503-e21.
8. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials*. 2005; Dec;26(34):6863-72.
9. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. *J Adhes Dent*. 2009; Jun;11(3):213-9.
10. de Brito G, Silva DO, Macedo RFC, Ferreira MWC, Bauer J, Pedroso FB, et al. Does the Application of Additional Hydrophobic Resin to Universal Adhesives Increase Bonding Longevity of Eroded Dentin? *Polymers (Basel)*. 2022; Jun 30;14(13).
11. Fuentes MV, Perdigão J, Baracco B, Giráldez I, Ceballos L. Effect of an additional bonding resin on the 5-year performance of a universal adhesive: a randomized clinical trial. *Clin Oral Investig*. 2023; Feb;27(2):837-48.
12. Muñoz 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; May;42(5):595-602.

13. Ahmed MH, Yao C, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. Extra Bonding Layer Compensates Universal Adhesive's Thin Film Thickness. *J Adhes Dent.* 2020;22(5):483-501.
14. Ermis RB, Ugurlu M, Ahmed MH, Van Meerbeek B. Universal Adhesives Benefit from an Extra Hydrophobic Adhesive Layer When Light Cured Beforehand. *J Adhes Dent.* 2019;21(2):179-88.
15. De Vito Moraes AG, Francci C, Carvalho CN, Soares SP, Braga RR. Microshear bond strength of self-etching systems associated with a hydrophobic resin layer. *J Adhes Dent.* 2011; Aug;13(4):341-8.
16. Perdigão J, Ceballos L, Giráldez I, Baracco B, Fuentes MV. Effect of a hydrophobic bonding resin on the 36-month performance of a universal adhesive-a randomized clinical trial. *Clin Oral Investig.* 2020; Feb;24(2):765-76.
17. Ferracane JL. Resin composite--state of the art. *Dent Mater.* 2011; Jan;27(1):29-38.
18. Maske TT, Kuper NK, Cenci MS, Huysmans M. Minimal Gap Size and Dentin Wall Lesion Development Next to Resin Composite in a Microcosm Biofilm Model. *Caries Res.* 2017;51(5):475-81.
19. Zhou W, Liu S, Zhou X, Hannig M, Rupf S, Feng J, et al. Modifying Adhesive Materials to Improve the Longevity of Resinous Restorations. *Int J Mol Sci.* 2019; Feb 8;20(3).
20. Demarco FF, Collares K, Correa MB, Cenci MS, Moraes RR, Opdam NJ. Should my composite restorations last forever? Why are they failing? *Braz Oral Res.* 2017; Aug 28;31(suppl 1):e56.
21. Askar H, Krois J, Göstemeyer G, Bottenberg P, Zero D, Banerjee A, et al. Secondary caries: what is it, and how it can be controlled, detected, and managed? *Clin Oral Investig.* 2020; May;24(5):1869-76.
22. Selwitz RH, Ismail AI, Pitts NB. Dental caries. *Lancet.* 2007; Jan 6;369(9555):51-9.
23. Demarco FF, Corrêa MB, Cenci MS, Moraes RR, Opdam NJ. Longevity of posterior composite restorations: not only a matter of materials. *Dent Mater.* 2012; Jan;28(1):87-101.
24. Eltahlah D, Lynch CD, Chadwick BL, Blum IR, Wilson NHF. An update on the reasons for placement and replacement of direct restorations. *J Dent.* 2018; May;72:1-7.
25. Global, regional, and national incidence, prevalence, and years lived with disability for 301 acute and chronic diseases and injuries in 188 countries, 1990-2013: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2013. *Lancet.* 2015; Aug 22;386(9995):743-800.

26. McLean JW. The pioneers of enamel and dentin bonding. *J Adhes Dent.* 1999; Autumn;1(3):185-7.
27. BaniHani A, Santamaría RM, Hu S, Maden M, Albadri S. Minimal intervention dentistry for managing carious lesions into dentine in primary teeth: an umbrella review. *Eur Arch Paediatr Dent.* 2022; Oct;23(5):667-93.
28. Tjäderhane L, Carrilho MR, Breschi L, Tay FR, Pashley DH. Dentin basic structure and composition—an overview. *Endodontic Topics.* 2009;20(1):3-29.
29. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7-34.
30. Sulkala M, Larmas M, Sorsa T, Salo T, Tjäderhane L. The localization of matrix metalloproteinase-20 (MMP-20, enamelysin) in mature human teeth. *J Dent Res.* 2002; Sep;81(9):603-7.
31. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007; Sep;28(26):3757-85.
32. Yamauchi K, Tsujimoto A, Jurado CA, Shimatani Y, Nagura Y, Takamizawa T, et al. Etch-and-rinse vs self-etch mode for dentin bonding effectiveness of universal adhesives. *J Oral Sci.* 2019; Nov 27;61(4):549-53.
33. Cardoso GC, Nakanishi L, Isolani CP, Jardim PDS, Moraes RR. Bond Stability of Universal Adhesives Applied To Dentin Using Etch-And-Rinse or Self-Etch Strategies. *Braz Dent J.* 2019;30(5):467-75.
34. Perdigão J, Reis A, Loguercio AD. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *Journal of esthetic and restorative dentistry* 2013; Aug;25(4):219-41.
35. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent Res.* 2004; Mar;83(3):216-21.
36. De Munck J, Van den Steen PE, Mine A, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, et al. Inhibition of enzymatic degradation of adhesive-dentin interfaces. *J Dent Res.* 2009; Dec;88(12):1101-6.
37. Perdigão J, Reis A, Loguercio AD. Dentin adhesion and MMPs: a comprehensive review. *J Esthet Restor Dent.* 2013; Aug;25(4):219-41.
38. Mazzoni A, Tjäderhane L, Checchi V, Di Lenarda R, Salo T, Tay FR, et al. Role of dentin MMPs in caries progression and bond stability. *Journal of dental research* 2015; Feb;94(2):241-51.
39. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent.* 2008; May;36(5):309-15.

40. Sezinando A, Luque-Martinez I, Muñoz MA, Reis A, Loguercio AD, Perdigão J. Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives. *Dent Mater.* 2015; Oct;31(10):e236-46.
41. Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MCG, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR, et al. Resistance of ten contemporary adhesives to resin–dentine bond degradation. *Journal of Dentistry.* 2008; 2008/02/01;36(2):163-9.
42. Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J. Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent.* 2001; Jan-Feb;26(1):97-104.
43. Gutiérrez MF, Alegría-acevedo LF, Núñez A, Méndez-Bauer L, Ñaupari-Villasante R, de Souza JJ, et al. In vitro biological and adhesive properties of universal adhesive systems on sound and caries-affected dentine: 18 months. *International Journal of Adhesion and Adhesives.* 2022; 2022/04/01;114:103107.
44. Ahmed M, De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Yoshihara K, Van Meerbeek B. Do Universal Adhesives Benefit from an Extra Bonding Layer? *J Adhes Dent.* 2019;21(2):117-32.
45. Zhang L, Wang DY, Fan J, Li F, Chen YJ, Chen JH. Stability of bonds made to superficial vs. deep dentin, before and after thermocycling. *Dent Mater.* 2014; Nov;30(11):1245-51.
46. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017; Feb;33(2):133-43.
47. Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Reis A, Loguercio AD. Effect of double-application or the application of a hydrophobic layer for improved efficacy of one-step self-etch systems in enamel and dentin. *Oper Dent.* 2008; Sep-Oct;33(5):564-70.
48. Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez IV, Staichak R, Reis A, et al. Immediate adhesive properties to dentin and enamel of a universal adhesive associated with a hydrophobic resin coat. *Oper Dent.* 2014; Sep-Oct;39(5):489-99.
49. Navarra CO, Breschi L, Turco G, Diolosà M, Fontanive L, Manzoli L, et al. Degree of conversion of two-step etch-and-rinse adhesives: In situ micro-Raman analysis. *J Dent.* 2012; Sep;40(9):711-7.
50. Cadenaro M, Maravic T, Comba A, Mazzoni A, Fanfoni L, Hilton T, et al. The role of polymerization in adhesive dentistry. *Dent Mater.* 2019; Jan;35(1):e1-e22.
51. Wendlinger M, Pomacóndor-Hernández C, Pintado-Palomino K, Cochinski GD, Loguercio AD. Are universal adhesives in etch-and-rinse mode better than old 2-step etch-and-rinse adhesives? One-year evaluation of bonding properties to dentin. *J Dent.* 2023; May;132:104481.

52. Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigão J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2019; Aug;107(6):2121-31.
53. Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dent Mater*. 2014; Oct;30(10):1126-35.
54. Wendlinger M, Nuñez A, Moreira P, Carneiro TS, Cochinski GD, Siqueira F, et al. Effect of the Absence of HEMA on the Bonding Properties of Universal Adhesive Systems Containing 10-MDP: An In Vitro Study. *Oper Dent*. 2023; Sep 1;48(5):500-12.
55. 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. *Dent Mater*. 2008; Jan;24(1):90-101.
56. Hiraishi N, Tochio N, Kigawa T, Otsuki M, Tagami J. Monomer-Collagen Interactions Studied by Saturation Transfer Difference NMR. *Journal of Dental Research*. 2013;92(3):284-8.
57. Yuan X, Wang Q, Han F, Chen C, Xie H. Chemical interaction between 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and methacryloxypropyltrimethoxysilane in one-bottle dental primer and its effect on dentine bonding. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*. 2021; 2021/09/01;121:104610.
58. Sato M, Fujishima A, Shibata Y, Miyazaki T, Inoue M. Nanoindentation tests to assess polymerization of resin-based luting cement. *Dent Mater*. 2014; Sep;30(9):1021-8.
59. El-Araby AM, Talic YF. The effect of thermocycling on the adhesion of self-etching adhesives on dental enamel and dentin. *J Contemp Dent Pract*. 2007; Feb 1;8(2):17-24.
60. Frassetto A, Breschi L, Turco G, Marchesi G, Di Lenarda R, Tay FR, et al. Mechanisms of degradation of the hybrid layer in adhesive dentistry and therapeutic agents to improve bond durability--A literature review. *Dent Mater*. 2016; Feb;32(2):e41-53.
61. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--dèjà vu? *Oper Dent*. 2005; Sep-Oct;30(5):561-79.
62. Chen C, Niu LN, Xie H, Zhang ZY, Zhou LQ, Jiao K, et al. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? *J Dent*. 2015; May;43(5):525-36.
63. Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LA, Rodrigues Accorinte Mde L, et al. Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater*. 2013; Sep;29(9):921-8.

64. Feitosa VP, Ogliari FA, Van Meerbeek B, Watson TF, Yoshihara K, Ogliari AO, et al. Can the hydrophilicity of functional monomers affect chemical interaction? *J Dent Res.* 2014; Feb;93(2):201-6.
65. Takahashi H. Effect of calcium salt of 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate produced on the bond durability of one-step self-etch adhesive. *Dent Mater J.* 2014;33(3):394-401.
66. Carrilho E, Cardoso M, Marques Ferreira M, Marto CM, Paula A, Coelho AS. 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability-A Systematic Review. *Materials (Basel).* 2019; Mar 7;12(5).
67. 3M. Safety Data Sheet according to WHS and ADG requirements: ScotchBond Multipurpose. 2018.
68. Kuraray. Safety Data Sheet: Clearfil SE Bond 2. 2023.
69. Tichy A, Hosaka K, Abdou A, Nakajima M, Tagami J. Degree of Conversion Contributes to Dentin Bonding Durability of Contemporary Universal Adhesives. *Oper Dent.* 2020; Sep 1;45(5):556-66.
70. Bisco. Safety Data Sheet according to WHS Regulations: ALL-Bond Universal. 2016.
71. Dentsply. Safety Data Sheet according to WHS Regulations: Prime Bond Universal 2015.
72. Siqueira FSF, Hilgemberg B, Araujo LCR, Hass V, Bandeca MC, Reis A, et al. Effect of Phosphoric Acid Containing MMP-Inactivator on the Properties of Resin Bonding to Eroded Dentin. *J Adhes Dent.* 2019;21(2):149-58.
73. Saikaew P, Chowdhury AF, Fukuyama M, Kakuda S, Carvalho RM, Sano H. The effect of dentine surface preparation and reduced application time of adhesive on bonding strength. *J Dent.* 2016; Apr;47:63-70.
74. Saikaew P, Matsumoto M, Chowdhury A, Carvalho RM, Sano H. Does Shortened Application Time Affect Long-Term Bond Strength of Universal Adhesives to Dentin? *Oper Dent.* 2018; Sep/Oct;43(5):549-58.
75. Dreweck FDS, Burey A, de Oliveira Dreweck M, Loguercio AD, Reis A. Adhesive strategies in cervical lesions: systematic review and a network meta-analysis of randomized controlled trials. *Clin Oral Investig.* 2021; May;25(5):2495-510.

**ANEXO A - APROVAÇÃO DO PROJETO PELA COMISSÃO DE ÉTICA EM
PESQUISA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA (COEP / UEPG)**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Efeito da aplicação de uma camada extra hidrófoba contendo ou não 10-metacrilóioledecil di-hidrogênio fosfato sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas à dentina.

Pesquisador: Alessandro Dourado Loguercio

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 69772123.6.0000.0105

Instituição Proponente: Universidade Estadual de Ponta Grossa

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 6.142.816

Apresentação do Projeto:

Projeto de Pesquisa:

Efeito da aplicação de uma camada extra hidrófoba contendo ou não 10-metacrilóioledecil di-hidrogênio fosfato sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas à dentina. O estudo possuirá 12 grupos de acordo com as seguintes variáveis: 1) Sistema adesivo, 2) Estratégia de condicionamento da dentina 3) Camada hidrófoba contendo ou não MDP.

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada extra hidrófoba contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas à dentina.

Objetivo Secundário:

Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrófoba contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais na resistência de união imediata à dentina através do teste de microtração. Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrófoba contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais na nanoinfiltração imediata à dentina por microscopia eletrônica de varredura. Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada hidrófoba contendo ou não 10-MDP sobre adesivos universais no grau de conversão à dentina por espectroscopia por Micro-Raman.

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748. UEPG, Campus Uvaranas, Bloco da Reitoria, sala 22

Bairro: Uvaranas

CEP: 84.030-900

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (41)3220-3282

E-mail: propespsecretaria@uepg.br

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA - UEPG



Continuação do Parecer: 6.142.816

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

Os potenciais riscos para os pesquisadores serão minimizados nessa pesquisa experimental com o uso de EPIs (Equipamentos de Proteção Individual), como luvas, máscaras, toucas descartáveis, aventais e óculos de proteção pelos mesmos, de acordo com a Resolução CEPE/UEPG n.057; além do uso de instrumentais clínicos e laboratoriais esterilizados.

Benefícios:

Os benefícios para a ciência são o possível esclarecimento do benefício da aplicação de uma camada extra contendo MDP após aplicação do sistema adesivo universal.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Avaliar a efetividade da aplicação de uma camada extra hidrófoba contendo ou não 10-metacriloilóxidecíl di-hidrogênio (10-MDP) sobre adesivos universais, nas propriedades adesivas imediatas à dentina. Após a aprovação do comitê de ética da UEPG, 84 molares humanos hígidos serão divididos aleatoriamente em 12 grupos de acordo com as seguintes variáveis: 1) Sistema adesivo: Prime&Bond Universal (Dentsply Sirona, Estados Unidos, Carolina do Norte) e AllBond Universal (Bisco, Estados Unidos, Illinois), 2) Modo de aplicação: Condicionamento ácido ou total (CL) e Autocondicionante (AC) 3) Camada hidrófoba (contendo ou não MDP): Bond, Clearfil SE Bond, (Kuraray, Japão) e ScotchBond Multiuso, (3M, Estados Unidos, Minnesota) e 3) Camada hidrófoba (contendo ou não MDP): Bond, Clearfil SE Bond, (Kuraray, Japão) e sem 10-MDP ScotchBond Multiuso, (3M, Estados Unidos, Minnesota). Logo após, os dentes serão restaurados em incrementos de 2mm, totalizando restaurações com 4mm de espessura, e seccionados nos sentidos vestibulo-lingual e mesio-distal, obtendo palitos de resina-dentina e testados por resistência de união através de testes de microtração, grau de conversão através de espectroscopia RAMAN e nanoinfiltração por imagens realizadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Os dados serão então submetidos a teste de variância de 3 fatores (Adesivo vs Estratégia vs Camada hidrófoba) e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$).

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Todos os termos de apresentação obrigatório estão corretamente preenchidos e anexados na Plataforma. Em anexo e de acordo com as resoluções 466/2012 e 510/2016

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748, UEPG, Campus Uvaranas, Bloco da Reitoria, sala 22
Bairro: Uvaranas **CEP:** 84.030-900
UF: PR **Município:** PONTA GROSSA
Telefone: (41)3220-3282 **E-mail:** propepsecretaria@uepg.br

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA - UEPG



Continuação do Parecer: 6.142.816

Recomendações:

Enviar o relatório final ao término do projeto de pesquisa por Notificação via Plataforma Brasil para evitar pendências.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Projeto foi aprovado sem restrições, após avaliação documental. O projeto se encontra dentro dos princípios éticos e metodológicos, de acordo com o Conselho Nacional de Saúde, Resolução 466/2012 e 510/2016.

Considerações Finais a critério do CEP:

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_2122047.pdf	23/06/2023 15:12:18		Aceito
Outros	Declaracao_Banco_de_Dentes.pdf	23/06/2023 15:11:32	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projeto_de_pesquisa1.pdf	29/04/2023 20:38:54	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Outros	Declaracao_uso_de_imagem1.pdf	29/04/2023 20:38:13	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Outros	Termo_de_compromisso1.pdf	29/04/2023 20:33:25	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Folha de Rosto	Folha_de_rosto1.pdf	29/04/2023 20:31:55	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PONTA GROSSA, 26 de Junho de 2023

Assinado por:
ULISSES COELHO
(Coordenador(a))

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748. UEPG, Campus Uvaranas, Bloco de Reitoria, sala 22
Bairro: Uvaranas CEP: 84.030-900
UF: PR Município: PONTA GROSSA
Telefone: (42)3220-3282 E-mail: propeassecreteria@uepg.br