

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

CAROLINA GEALH NAVARRO ESCOBAR

AVALIAÇÃO DA SORÇÃO E SOLUBILIDADE, RESISTÊNCIA DE UNIÃO E
NANOINFILTRAÇÃO, DOS DIFERENTES MONÔMEROS FUNCIONAIS 3D-SR E
10-MDP EM ESMALTE E DENTINA DE MODO CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE

PONTA GROSSA
2020

CAROLINA GEALH NAVARRO ESCOBAR

**AVALIAÇÃO DA SORÇÃO E SOLUBILIDADE, RESISTÊNCIA DE UNIÃO E
NANOINFILTRAÇÃO, DOS DIFERENTES MONÔMEROS FUNCIONAIS 3D-SR E
10-MDP EM ESMALTE E DENTINA DE MODO CONVENCIONAL E
AUTOCONDICIONANTE**

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação Stricto sensu em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa como pré-requisito para exame de defesa para obtenção do título de Doutora em Odontologia, área de concentração em Dentística Restauradora. Linha de pesquisa em Propriedades Físico-Químicas e Biológicas de Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes
Co-orientadora: Prof. Dr. Bruna Bittencourt

PONTA GROSSA

2020

E74

Escobar, Carolina Gealh Navarro

Avaliação da sorção e solubilidade, resistência de união e nanoinfiltração, dos diferentes monômeros funcionais 3D-SR e 10-MDP em esmalte e dentina de modo convencional e autocondicionante / Carolina Gealh Navarro Escobar.

Ponta Grossa, 2020.

62 f.

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

Orientador: Prof. Dr. João Carlos Gomes.

Coorientadora: Profa. Dra. Bruna Fortes Bittencourt.

1. Adesivos dentinários. 2. Resistência à tração. 3. Microscopia eletrônica de varredura. 4. Microshear. 5. Monômeros funcionais. I. Gomes, João Carlos. II. Bittencourt, Bruna Fortes. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Dentística Restauradora. IV.T.

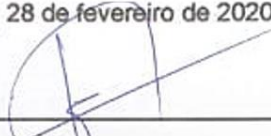
CDD: 617.6

CAROLINA GEALH NAVARRO ESCOBAR

Avaliação da sorção e solubilidade, resistência de união e nanoinfiltração, dos diferentes monômeros funcionais 3D-SR e 10-MDP em esmalte e dentina de modo convencional e autocondicionante

Tese apresentada ao Programa de Pós-graduação Stricto sensu em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial à obtenção do título de Doutor em Odontologia, área de concentração em Dentística Restauradora, linha de pesquisa de Propriedades físico-químicas e biológicas de materiais.

Ponta Grossa, 28 de fevereiro de 2020.



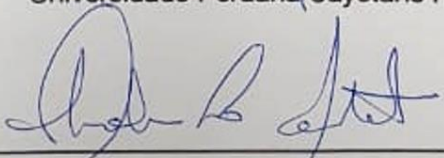
Prof. Dr. João Carlos Gomes
Universidade Estadual de Ponta Grossa



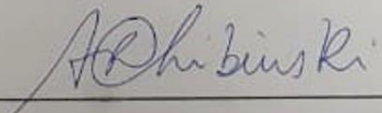
Profª. Drª. Fabiana Fernandes Madalozzo Copla
Cescage



Prof. Dr. John Alexis Domínguez
Universidade Peruana Cayetano Heredia



Prof. Dr. Abraham Lincoln Calixto
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Profª. Drª. Ana Cláudia Rodrigues Chibinski
Universidade Estadual de Ponta Grossa

Dedico esta dissertação primeiramente a Deus, pela fé, perseverança e paciência proporcionadas, a minha amada mãe por sempre ter sido a minha melhor amiga e confidente, por ter me ajudado em TODOS os momentos, almejando sempre o melhor para minha vida. Amo vocês!

Agradecimentos

Ao meu orientador, Prof. Dr. João Carlos Gomes por contribuir no meu crescimento pessoal e profissional, pelas oportunidades concedidas, amizade, confiança, estímulo e apoio desde a graduação, saiba que o admiro muito e o tenho como exemplo.

A minha co-orientadora, Prof. Dr. Bruna Bittencourt, pela disponibilidade, atenção, sugestões, revisão de texto, estímulo e boa vontade.

Ao Prof. Dr. John Alexis Domingues, por todo incentivo, por todo apoio, pela amizade, boa vontade. Por ter se disposto a vir na minha defesa de tão longe, você é um profissional que admiro e me espelho, muito obrigado de coração por tudo mesmo John! Vou levar pra sempre seu exemplo, sua ajuda e sua amizade.

À Banca de Qualificação composta pela Prof^a. Dr^a. Juliana Larocca de Geus, Prof^a. Dr^a. Ana Cláudia Rodrigues Chibinski por participarem da minha banca examinadora, por terem contribuído com tantos detalhes, terem realmente se disposto a acrescentar muitíssimo.

À Prof^a. Dra. Denise Wambier, que em sua gestão como Coordenadora Geral da Pós-Graduação em Odontologia, desempenhou todo esforço para proporcionar as melhores condições de aprendizagem e pela disponibilidade.

À Profa. Dr^a. Nara Hellen Campanha Bombarda, atual Coordenadora Geral de Pós-Graduação em Odontologia por todo empenho.

A Fundação Araucária pela concessão da Bolsa.

A todos os professores do curso de Pós-Graduação, pelo tempo de ensino, dedicação e pelos conselhos.

À Bianca Linhares Teleska, Secretária do Curso de Pós- Graduação em Odontologia, uma pessoa totalmente humana qualificada, acima de tudo uma excelente profissional, uma amiga, que sempre teve muitíssima boa vontade, disposição, paciência e por toda ajuda oferecida.

A todos os colegas de turma do Doutorado pelo convívio e por terem compartilhado comigo essa etapa. Em especial a minha querida amiga Thaís Bakaus, por sempre ter estado disposta a me ajudar nos momentos em que mais precisei, pela amizade, pelo apoio e cumplicidade. A Pâmela Malaquias que muito me ajudou em vários momentos dessa pesquisa dividindo seu conhecimento e sua amizade. A Taíse

Hanzen e Thalita Matos por terem me direcionado com muitas dicas e ajuda, muito obrigado mesmo.

As minhas queridas colegas de trabalho que hoje posso chamar de amigas, Juliana de Geus e Thaynara Boing que pude conhecer ao longo desses últimos dois anos, obrigado pela amizade, pelas dicas, por estarem ao meu lado sempre, vocês são exemplo e inspiração pra mim, agora também à Kaprice Chemin agradeço por além de colega de trabalho ter se mostrado uma amiga.

A Universiade Estadual de Ponta Grossa onde tive a oportunidade de crescer e me desenvolver profissionalmente ao longo de 11 anos, fora os que passei quando criança com minha querida mãe.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa pela oportunidade a mim concedida de me formar como Mestre e Doutora.

Aos meus tios do coração que sei que muitas vezes oraram por mim ao longo desses anos Marli e Samir Reda, Gisele e Jefferson Quimelli, Tadeu e minha tia querida Márcia Lemes que sempre, sempre esteve ao meu lado torcendo por mim.

E a minha querida mãe por me apoiar em todos os momentos, por me aguentar nos dias mais difíceis, por ser minha melhor amiga e companheira, pela paciência, pelo carinho, compreensão, por suas sábias lições de ânimo, esperança e fé, por todo apoio ao longo da vida, se tem um ser humano que admiro e me espelho é você, incluindo essa área de estudo e docência.

A todos aqueles que de forma direta ou indireta participaram de mais esta etapa importante em minha vida e que porventura não foram citados aqui. A Deus, por ter me dirigido sempre no melhor caminho, por ter me segurado no colo ao longo de toda trajetória, lapidando meu caráter, aumentando a minha determinação e fé, por ter aberto a porta de empregos e por ter colocado tantas pessoas maravilhosas no meu caminho como certamente são todos vocês.

Obrigado a todos por tudo!

DADOS CURRICULARES

Carolina Gealh Navarro Escobar

NASCIMENTO	27.12.1990	Maringá - Brasil.
FILIAÇÃO		Ana Maria Gealh Oscar Edgardo Navarro Escobar
2009/2013		Curso de Graduação Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa - Brasil.
2012/2013		Curso de Aperfeiçoamento em Endodontia. Associação Brasileira de Odontologia (ABO). Ponta Grossa, Paraná-Brasil.P
2015/2015		Curso de Aperfeiçoamento em “Técnicas Avançadas em Restauração em Resina Composta I”. Faculdade Ingá. Maringá-Brasil.
2014/2016		Curso de Pós-Graduação em Odontologia, Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG, nível de Mestrado em Odontologia - Área de Concentração em Dentística Restauradora. Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG, nível de Mestrado em Odontologia - Área de Concentração em Dentística
2014/2017		Curso de Especialização em Prótese dentária. Centro Universitário Ingá, UNINGA. Maringá-Brasil.
2016 – 2017		Aperfeiçoamento em Curso de Atualização em Reabilitação Oral. Núcleo de Estudos Odontológicos, NEOMM, Maringá-Brasil.
2018 – 2019		Professora titular. Docente das matérias de Prótese Removível, Prótese Fixa, Clínica integrada II. Faculdade de Guairacá, Guarapuava-Brasil.

2018 – Atual

Professora titular. Docente das matérias de Prótese Removível, Prótese Fixa, Endo-pótese e Dentística-Pério. Centro Universitário de Maringá (UniCesumar). Ponta Grossa, Brasil.

RESUMO

Escobar CGN. **Avaliação da sorção e solubilidade e efetividade dos diferentes monômeros funcionais 3D-SR e 10-MDP em esmalte e dentina com diferentes modos de aplicação.** [Tese de Doutorado em Dentística Restauradora – Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2020].

O objetivo deste estudo foi avaliar a efetividade do monômero 3D-SR em comparação com o monômero 10-MDP na resistência de união (esmalte e dentina), nanoinfiltração (dentina) com aplicação de modo convencional e autocondicionante, avaliar também a sorção e solubilidade dos diferentes adesivos universais. Foram utilizados 72 molares aleatoriamente divididos em seis grupos de acordo com o tipo de monômero dos adesivos: dois adesivos com monômero funcional 10-MDP e um adesivo com monômero funcional 3D-SR: (1) Ambar Universal (AU) – [FGM Prod. Odont. Ltda, Joinville, SC, Brazil], (2) Single Bond Universal (SU) - [3M ESPE, St. Paul, MN, EUA], e (3) Palfique Bond (PU) - [Bond Force, Tokuyama, Osaka, Japan] respectivamente, associados ao modo de condicionamento dos substratos (esmalte/dentina). Foram selecionados 30 dentes para o teste resistência de união de microtração da dentina, para análise de microcisalhamento foram expostas quatro superfícies planas de esmalte de 42 dentes selecionados (vestibular, lingual e proximais). Os espécimes foram testados após 24h. Após a preparação dos substratos os adesivos foram aplicados, em seguida restaurados com resina composta. Para os corpos de prova (CPS) de sorção e solubilidade foi utilizada uma matriz metálica cilíndrica (5,0 mm de diâmetro, 1,0 mm de espessura; Odeme Prod Odont Ltda, Joaçaba, SC, Brasil). Foram confeccionados dez CPS para cada adesivo. Todos os dados foram submetidos à análise estatística ANOVA dois fatores com pós teste de Tukey's ($P= 0,05$). Nos resultados observou-se que os adesivos com monômero 10-MDP apresentaram melhores resultados de resistência de união tanto em dentina, quanto em esmalte independente do tipo de aplicação e que o adesivo PU com o monômero 3D-SR apresentou menores resultados de resistência de união independente do substrato com aplicação de modo autocondicionante: dentina ($14,74 \pm 2,25$) e esmalte ($24,13 \pm 4,38$). Em relação a nanoinfiltração o adesivo AU apresentou os piores resultados ($12,67 \pm 2,86$; $15,74 \pm 3,32$) tanto em dentina quanto esmalte, respectivamente. No teste de sorção e solubilidade o adesivo PU apresentou os maiores valores respectivamente ($403,5 \pm 83,9$) e ($187,7 \pm 28,0$). Através deste estudo concluímos, portanto, que os adesivos com monômero 10-MDP apresentam os melhores resultados de resistência de união quando aplicados de forma autocondicionante independente do substrato que o adesivo com monômero 3D-SR no modo autocondicionante mostrou menores valores de resistência de união e maior valores de sorção e solubilidade. Além dos monômeros funcionais, outros componentes acabam interferindo nos resultados dos diferentes testes.

Palavras-Chave: Adesivos Dentinários, Resistência à Tração, Microscopia Eletrônica de Varredura, Microshear, Monômeros funcionais.

ABSTRACT

Escobar CGN. **Evaluation of sorption and solubility and effectiveness of different functional monomers 3D-SR and 10-MDP in enamel and dentin with different application modes.** [Tese de Doutorado em Dentística Restauradora – Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2020].

The objective of this study was to evaluate the effectiveness of the 3D-SR monomer in comparison with the 10-MDP monomer in the bond strength (enamel and dentin), nanoinfiltration (dentin) with application in a conventional and self-etching way, also evaluate the sorption and solubility of different universal stickers. 72 molars were used randomly divided into six groups according to the type of adhesive monomer: two adhesives with functional monomer 10-MDP and one adhesive with functional monomer 3D-SR: (1) Ambar Universal (AU) - [FGM Prod. Odont. Ltda, Joinville, SC, Brazil], (2) Single Bond Universal (SU) - [3M ESPE, St. Paul, MN, USA], and (3) Palfique Bond (PU) - [Bond Force, Tokuyama, Osaka, Japan] respectively, associated with the substrate conditioning mode (enamel / dentin). Thirty teeth were selected for the dentin microtensile bond strength test, for microrisellation analysis four flat enamel surfaces of 42 selected teeth (buccal, lingual and proximal) were exposed. The specimens were tested after 24 hours. After preparing the substrates, the adhesives were applied, then restored with composite resin. For the sorption and solubility specimens (CPS) a cylindrical metallic matrix (5.0 mm in diameter, 1.0 mm in thickness; Odeme Prod Odont Ltda, Joaçaba, SC, Brazil) was used. Ten CPS were made for each adhesive. All data were subjected to two-way ANOVA statistical analysis with Tukey's post-test ($P = 0.05$). In the results it was observed that the adhesives with monomer 10-MDP showed better results of bond strength both in dentin and enamel regardless of the type of application and that the PU adhesive with the monomer 3D-SR showed lower results of bond strength independent of the substrate with self-etching: dentin (14.74 ± 2.25) and enamel (24.13 ± 4.38). Regarding nanoinfiltration, AU adhesive showed the worst results (12.67 ± 2.86 ; 15.74 ± 3.32) in both dentin and enamel, respectively. In the sorption and solubility test, the PU adhesive showed the highest values, respectively (403.5 ± 83.9) and (187.7 ± 28.0). Through this study, we conclude, therefore, that adhesives with 10-MDP monomer show the best bond strength results when applied in a self-etching form regardless of the substrate that the 3D-SR monomer bond in self-etch mode showed lower bond strength values and higher values of sorption and solubility. In addition to the functional monomers, other components end up interfering with the results of the different tests.

Keywords: Dentin Adhesives, Tensile Strength, Scanning Electron Microscopy, Microshear, Functional monomers.

LISTA DE FIGURA

Figura - 01 Fluxograma com a distribuição dos grupos experimentais	39
Figura - 02 Preparo dos dentes para o teste de microcisalhamento	42
Figura - 03 Preparo dos dentes para o teste de microtração	44
Figura - 04 Preparo dos corpos de prova para o teste de nanoinfiltração	45
Figura - 05 Confeção corpos de prova para teste de sorção e solubilidade.....	47

LISTA DE TABELAS

Tabela 01	Sistemas adesivos, número de lotes, composição e estratégia de aplicação.....	40
Tabela 02	Médias e desvios padrão (MPa) da resistência de união em dentina (microtração) e esmalte (microcissalhamento) e estratégia de aplicação	48
Tabela 03	Média e desvios padrão (%) dos valores de nanoinfiltração obtidas em cada condição experimental..	49
Tabela 04	Média e respectivo desvio padrão de sorção ($\mu\text{g}/\text{mm}^3 \cdot 10^{-6}$) e solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3 \cdot 10^{-6}$) obtidos em cada condição experimental (*)	50

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

AD	Área adesiva
AgNO ₃ NH ₄	Nitrato de Prata Amoniacal
ANOVA	Análise de variância
AU	Ambar Universal
BDH	Banco de dentes humanos
Bis-GMA	Bisfenol A glicidilmetacrilato
CAP	Copolímero de ácido polialquenóico
CC	Com condicionamento
Cm	Centímetro
COEP	Comissão de Ética em Pesquisa
GPa	GigaPascal
GC	Grau de conversão
h	Hora
<i>h</i>	Espessura
HAP	Hidroxiapatita
HEMA 2-	Hidroxietilmetacrilato
HL	Camada hibrida
Hz	Hertz
Kg	Quilograma
Kv	Quilovolt
LEDs	Diodos emissores de luz
MEV	Microscopio Eletrônica de Varredura
µm	Micrômetro
min	Minuto
mm	Milímetro
mm ²	Milímetros quadrado

mm/min	Milímetro por minuto
mL	Mililitros
MPa	MegaPascal
n	Número amostral
np	Não amostral
N	Newton
NI	Nanoinfiltração em nitrato de prata
p	Polimerizado
PU	Palfique Universal
PVC	Policloreto de vinila
rpm	Rotações por minuto
RC	Resistência à fadiga por cisalhamento
RU	Resistência de união
s	Segundo
SC	Sem condicionamento
SU	Scotchbond Universal
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa.

LISTA DE SÍMBOLOS

#	Número
=	Igual
±	Mais ou menos
%	Porcentagem
&	E
<	Menor
≤	Menor ou igual
>	Maior
≥	Maior ou igual
X	Aumento de lente óptico
α	Alfa (nível de significância)
°C	Grau Célsius
n°	Número
p	Significância estatística
®	Registrado
™	Marca registrada
MR	Marca registrada

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	16
2 REVISÃO DE LITERATURA	19
2.1 Estudos comparando monomeros funcionais	19
2.2 Estudos comparando modo de aplicação adesiva (autocondidionante/ convencional) em esmalte	21
2.3 Estudos comparando modo de aplicação adesiva (autocondidionante/ convencional) em dentina	27
2.4 Teste de máxima resistência a tração e sorção e solubilidade	33
3 PROPOSIÇÃO	38
3.1 Proposição geral	38
3.2 Proposição específica	38
4 MATERIAL E MÉTODOS	39
4.1 Desenho experimental.....	39
4.2 Preparo das amostras para microcissalhamento.....	40
4.3 Preparao das amostras para microtração.....	43
4.4 Análise de nanoinfiltração por microscopia eletrônica de varredura.....	44
4.5 Teste de sorção e solubilidade.....	45
4.6 Análises estatísticas	47
5 RESULTADOS	48
5.1 Microtração e Microcissalhamento.....	48
5.2 Análise da nanoinfiltração (NI) por microscopia eletrônica de varredura (MEV).....	48
5.3 Análise do grau de sorção e solubilidade.....	49
6 DISCUSSÃO	51
7 CONCLUSÃO	55
REFERÊNCIA... ..	56
ANEXO A: Parecer da Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa	62

1 INTRODUÇÃO

O principal objetivo do sistema adesivo é conseguir um contato íntimo entre a estrutura dental e os materiais restauradores (Masarwa et al. ¹ 2016) promovendo uma retenção micromecânica, envolvendo duas fases: remoção de fosfatos de cálcio, expondo microporosidades e a infiltração e subsequente polimerização da resina no interior das microporosidades da superfície. O desenvolvimento de novos sistemas adesivos tenta simplificar as etapas de ligação através da sua aplicação (Van Meerbeek et al. ² 2003). De modo geral os sistemas adesivos são constituídos por monômeros resinosos hidrofóbicos e hidrofílicos, solventes, iniciadores, inibidores, e partículas de carga (Van Landuyt et al. ³ 2007). Podem ser classificados em duas categorias de acordo com diferentes modos de aplicação: convencional e autocondicionante (Rosa et al. ⁴ 2015).

Os adesivos universais, recentemente introduzidos no mercado odontológico, fornecem ao operador a opção de selecionar a estratégia adesiva pelo modo: convencional, autocondicionante ou seletivo (Kalavacharla et al. ⁵ 2015; Perdigao et al. ⁶ 2014; Chen et al. ⁷ 2015). Os adesivos universais prometem uma interação química específica capaz de alcançar uma adesão mais estável e duradoura, sem preparação adicional dos dentes, são semelhantes aos adesivos autocondicionantes de um passo, no entanto, possuem fórmulação mais complexa. A simplificação dos adesivos autocondicionantes de uma etapa tornou-se possível através do aumento da quantidade de solventes e monômeros funcionais hidrofílicos (Munoz et al. ⁸ 2014).

Os monômeros funcionais presente nos adesivos universais podem simultaneamente desmineralizar e infiltrar a superfície dentária, as características químicas e morfológicas da interface adesivo-substrato dentinário está intimamente relacionada com a camada híbrida que depende em grande parte da interação entre os monômeros funcionais e o substrato dental (Wang et al. ⁹ 2017). Estes adesivos dissolvem a camada de *smear layer* e não removem os fosfatos de cálcio, a diferença entre está especialmente em relação ao teor de água, acidez (Loguercio et al. ¹⁰ 2015), diferentes estruturas, concentrações de monômeros funcionais, produzindo interfaces adesivas diferentes, podendo ter um impacto direto na eficácia da adesão (Wang et al. ⁹ 2017).

O modo de aplicação autocondicionante reduz o tempo de aplicação da lavagem do ácido seguida da secagem, como ocorre na aplicação dos adesivos

convencionais. Além disso, adesivos autocondicionantes são menos sensíveis à técnica e também promovem redução da dor pós-operatória (Masarwa et al. ¹ 2016). Os adesivos universais em sua maioria apresentam como recomendação dos fabricantes a aplicação no modo autocondicionante e possuem como vantagem capacidade de ligação a diferentes materiais restauradores, incluindo zircônia, metal e cerâmica à base de sílica (Bahrololumi et al. ¹¹ 2017).

Adesivos universais que apresentam em sua fórmula monômero 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP), têm demonstrado resultados satisfatórios (Manfroi et al. ¹² 2016; Vermelho et al. ¹³ 2017). Possui monômero ácido permitindo sua utilização no modo autocondicionamento, podendo ser aplicados em esmalte e dentina após condicionamento com ácido fosfórico a 35 % (Manfroi et al. ¹² 2016). Outros tipos de monômeros funcionais (fosfato, fosfonado, carboxílico), bem como o (10-MDP) estão atualmente disponíveis no mercado, uma vez que representam os principais componentes ativos dos adesivos autocondicionantes, condicionando e preparando simultaneamente o substrato dental iniciando a difusão de co-monômeros (Nishiyama et al. ¹⁴ 2004). Atualmente um monômero pouco estudado 3D-SR (monômero 3D auto-reforçado com ácido fosfórico) foi introduzido no adesivo universal por apresentar potencial de ligação química à estrutura dentária através de interações de múltiplos pontos com o cálcio (Turkistani et al. ¹⁵ 2018). O grupo de monômeros funcionais exhibe geralmente propriedades hidrofílicas, tendo como finalidades: melhorar a umidificação e a desmineralização da dentina, tornando evidente o aumento da força de adesão dos adesivos à dentina por suas propriedades hidrofílicas (Van Landuyt et al. ³ 2007).

A presença de solventes orgânicos e monômeros ácidos na formulação desses novos adesivos universais gera preocupações sobre sua sorção de água, sendo este um dos fatores mais importantes responsáveis pela degradação do adesivo (Reis et al. ¹⁶ 2013). Ainda há dúvida quanto à durabilidade da adesão, estabilidade estrutural, estabilidade da formulação e propriedades mecânicas ao longo do tempo (Bahrololumi et al. ¹¹ 2017). No entanto, estudos demonstram que nem todos adesivos universais sofrem degradação hidrolítica com o tempo, o que afeta sua durabilidade de ligação, sugerindo que a composição específica, ao invés do tipo de adesivo é responsável pelo desempenho da adesão (Walter et al. ¹⁷ 2012). Até o momento estudos confirmam que o monômero modificado 10-MDP é o melhor monômero funcional ácido, mostrando estabilidade e durabilidade tanto para o esmalte, quanto para dentina

(Fujita et al. ¹⁸ 2011; Van Landuyt et al. ¹⁹ 2008).

A composição química dos adesivos determina seu sucesso clínico. A melhora do desempenho clínico pode ser alcançada por dois métodos, a primeira consiste em ajustar a quantidade proporcional de ingredientes dos adesivos, a outra inserindo novos componentes (Van Landuyt et al. ³ 2007). Na busca de avaliar novos monômeros funcionais que apresentem resultados melhores ou iguais ao do monômero 10-MDP o objetivo deste estudo foi avaliar a efetividade do monômero funcional pouco estudado (3D-SR), comparado à outros adesivos que contêm 10-MDP, através de diferentes modos de aplicação (convencional e autocondicionante) e diferentes substratos (esmalte e dentina), além da sorção e solubilidade dos diferentes sistemas adesivos.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Estudos comparando monômeros funcionais

Foram avaliados por Munoz et al. ²⁰ 2015 a resistência de união resina-dentina, (μ TBS) e nanoinfiltração (NL) de adesivos universais com a presença ou ausência de fosfato de metacriloiloxidecil di-hidrogênio (10-MDP) aplicados no modo convencional ou autocondicionante. Quarenta terceiros molares extraídos sem cárie foram divididos em oito grupos para μ TBS ($n = 5$). Os adesivos utilizados foram o Clearfil SE Bond (CSE) e Adper Single Bond 2 (SB) como controle; Pico Universal, de modo autocondicionante (PkSe) e convencional (PkEr); Adesivo Scotchbond Universal de modo autocondicionante (ScSe) e convencional (ScEr); e All Bond Universal de modo autocondicionante (AlSe) e convencional (AlEr). Após as restaurações com resina composta, as amostras foram seccionadas longitudinalmente para obter palitos de resina-dentina ($0,8 \text{ mm}^2$). O μ TBS das amostras foi testado imediatamente (IM) e após 6 meses (6M) de armazenamento em água. Alguns palitos em cada período de armazenamento foram imersos em nitrato de prata e fotorevelados, o NL foi avaliado através da microscopia eletrônica de varredura. Os dados foram analisados com análise ANOVA dois fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). No período IM, PkSe e PkEr apresentaram resultados de μ TBS semelhante aos adesivos de controle ($p < 0,05$), mas aumentou o padrão de NL e diminuiu μ TBS após 6M ($p < 0,05$). ScSe e ScEr mostraram valores intermediários de μ TBS no período IM, mas permaneceu estável após 6 meses ($p < 0,05$). AlSe apresentou o menor μ TBS ($p < 0,05$), mas o μ TBS e NL permaneceu estável após 6M ($p < 0,05$). AlEr apresentou maior μ TBS e maior degradação após 6M ($p < 0,05$). Conclusões: Adesivos universais que contêm 10-MDP apresentaram melhores resultados de μ TBS e NL reduzido nas interfaces após 6 meses de armazenamento de água.

O objetivo de Wang et al. ⁹ 2017 foi examinar as características químicas e morfológicas interfaciais de quatro adesivos autocondicionantes à dentina com diferentes monômeros funcionais. Foram utilizados Clearfil SE Bond (CSE) e Scotchbond Universal (SU) contendo fosfato de 10-metacriloiloxidecil di-hidrogênio (10-MDP), Optibond XTR (OX) contendo dimetacrilato de glicerofosfato (GPDM) e Adper Easy One (AEO) contendo 6-metacrililoxihexil di-hidrogênio fosfato (6-MHP). Os adesivos foram aplicados na superfície da dentina. A interação entre os monômeros

funcionais a dentina foi caracterizada por difração de raios-X (TF-DRX) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A hidrofilicidade de cada monômero ácido também foi avaliada pelo software de desenho de estrutura química. A resistência de união à microtensão (μ TBS) e a nanoinfiltração foram usadas para avaliar a eficácia da adesão dos adesivos, imediatamente ou após a termociclagem (5°C - 55°C) por 5000 ciclos. Através dos resultados o TF-XRD mostrou que tanto o CSE quanto o SU exibiram nanocamadas 10-MDP-Ca na interface adesiva, mas com intensidade diferente quando reagiram à dentina. OX, que contém GPDM, desmineralizou a superfície da dentina com mais intensidade, formando longos *tags* de resina nos túbulos dentinários e obteve os mais altos μ TBS no momento imediato. Com a termociclagem os resultados de μ TBS e a nanoinfiltração de AEO e OX foram afetados, mas não teve influência significativa na CSE e SU, que contêm 10-MDP. Concluiu-se que os adesivos autocondicionantes contendo diferentes estruturas/concentrações de monômeros funcionais produziram interfaces adesivas com características químicas e morfológicas diferentes, o que pode ter um impacto direto na eficácia da ligação.

Carrilho et al.²¹ 2019 avaliaram a interação química e resistência de união de 5 monômeros funcionais de éster de ácidos fosfórico sintetizados com diferentes características da cadeia, analisados por espectroscopia de absorção atômica (AAS), ATR-FTIR, difração de raios-x (TF-XRD), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e resistência de união (μ TBS). Os monômeros funcionais testados foram 2- MEP (2- metacriloiloxi-etil dihidrogênio fosfato), 10-MDP (10-carbono), 12-MDDP (12- carbono), MTEP (poliéter com cadeia espaçadora mais hidrofílica) e CAP-P (espaçador intermediário do éster de hidrofilicidade). A mensuração da intensidade da formação de sais de cálcio pelo AAS obteve como resultado 12-MDDP = 10-MDP > CAP-P > MTEP > 2-MEP. As análises de superfícies de dentina com FTIR e SEM mostraram resistência ao enxágüe para todas as ligações de monômeros-dentina, exceto com 2-MEP. TF-XRD confirmou a interação mais fraca de 2-MEP. O μ TBS mais alto foi observado para 12-MDDP e 10-MDP. Uma menor cadeia espaçadora (2- MEP) dos monômeros funcionais de fosfato induziu a formação de sais instáveis de monômero-cálcio, e menor interação química e força de união dentinária. A presença de éster ou grupos de éter dentro de cadeias espaçadoras de carbono mais longas (CAP-Pe MTEP) podem afetar a hidrofilicidade, μ TBS e também a formação de sais monômero-cálcio.

O objetivo do estudo Papadogiannis et al.²² 2019 foi avaliar o desempenho de seis adesivos universais: Adhese Universal (ADU), Universal All-Bond (ABU), Clearfil Universal Bond Quick (CBQ), Prêmio G-Bond (GPB), Prelude One (PRO) e Scotchbond Universal (SBU). Os testes realizados foram: (a) grau de conversão $C = C$ (% GC); (b) microdureza Vickers (VHN); (c) extensão da inibição do oxigênio (OI / μm), todos relacionados às propriedades a camada de adesivo; (d) extensão da desmineralização da dentina (DM%), formação de sal insolúvel (AS%); e (e) resistência ao microcisalhamento (SBS) relacionado às interações adesivo-dentina. A análise estatística ($\alpha = 0,05$) foi realizada por ANOVA um fator e teste de Tukey (% DC, VHN, OI, DM% AS%) e análise Weibull (SBS, σ_0 - β). Os GC variaram de 67,2 a 82,5% (todas > GPB), o OI de 5,6 a 18,6 μm (SBU > ADU, GPB, ABU > CBQ > PRO), microdureza de 1,1–6,6 VHN (SBU > ADU > ABU > CBQ > PRO > GPB: não mensurável), DM de 69,3% (GPB) a 16–12,5% (CBQ, SBU, ADU) e 13,2 a 10,6% (ABU, ADU, PRO), em homogeneidade grupos e EA de 26 a 15,9% (ABU, CBQ > GPB, PRO, ADU, SBU). Para SBS o σ_0 variou de 29,3 a 16,6 MPa (CBQ, ADU, ABU, SBU > PRO > GPB), o β (confiabilidade) de 5,1 a 9,7 ($p > 0,05$). Todos os modos de falha foram do tipo misto (adesivo e coesivo composto). Concluiu-se, portanto, que embora todos esses adesivos possuam em sua composição o monômero fosfato de 10-metacriloiloxidecil-di-hidrogênio (10-MDP), os diferentes co- monômeros, solventes e catalisadores levaram a variações em suas propriedades adesivas, reatividade e capacidade de ligação com dentina.

O objetivo deste estudo (Kaczor-Wiankowska et al.²³ 2020), foi avaliar o uso de dois adesivos universais, que contém monômero 10- MDP comparando com dois adesivos padrões ouro. Os adesivos foram testados em diferentes modos de aplicação: convencional (ER) ou autocondicionante (SE) imediato e com termociclagem (TML). Duas cavidades idênticas de Classe V foram preparadas em 30 terceiros molares, restaurados com resina composta antes e depois da TML. Formação de gap e sua frequência de acordo com a classificação modificada de Blunck e Zaslansky e a largura do gap marginal máximo (MG) foi avaliada separadamente em esmalte e dentina, a frequência do Gap não diferiu significativamente no esmalte antes da TML, apesar do uso de diferentes adesivos ou modos de gravação. Os valores mais altos de MG em ambos os tempos foram obtidos com o grupo Peak Bond Universal no modo autocondicionante (PSE) em esmalte (6,2 μm antes da TML, 12,2 μm após a TML) e o Peak Universal Bond

aplicado de modo convencional (PER) na dentina (21,3 μm antes da TML, 35,5 μm após a TML). Após a TML, houve um aumento significativo na frequência de gap para o grupo universal de modo autocondicionante Adhese (ASE) e um aumento nos valores de MG para os grupos PER, PSE, ASE na interface resina-esmalte e aumento na frequência de gap e valores de MG para todos os grupos na interface resina-dentina. Adesivo universal com o monômero 10-MDP tem efeito benéfico na interface resina-dentina, enquanto a clorexidina pode reduzir a resistência do sistema adesivo universal as condições da cavidade oral.

2.2 Estudos comparando adesivos e modo de aplicação adesiva (autocondicionante / convencional) em esmalte

Luque-Martinez et al.²⁴ 2014 avaliaram o efeito do condicionamento ácido e aplicação de uma camada de resina hidrofóbica sobre as forças de adesão esmalte/dentina e grau de conversão (GC) dentro da camada híbrida com o sistema adesivo universal (G-BondMais [GB]). Foram utilizados 60 terceiros molares, divididos em quatro grupos para testes de força de adesão, de acordo com o adesivo e estratégia: GB aplicado como adesivo autocondicionante de um passo (1- step SE); GB aplicado em um único passo, seguido por uma camada da resina hidrofóbica Heliobond (2-step SE); GB aplicado como adesivo convencional de dois passos (2- stepER); GB aplicado como adesivo convencional de 2 passos seguido por uma camada de resina hidrofóbica Heliobond (3-stepER). Foram utilizados 40 dentes para a resistência de união ao microcisalhamento em esmalte (SBBS) e GC; e 20 dentes usados para a resistência de união em microtração da dentina (μTBS) e GC. Depois da confecção das restaurações os espécimes foram armazenados em água (37°C / 24 h), testada a 0,5 mm / min (μTBS) ou 1,0 mm / min (SBBS). Interfaces de resina esmalte e dentina-resina de cada grupo foi avaliado para GC usando espectroscopia micro-Raman. Os dados foram analisados com ANOVA dois fatores para cada substrato e o teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Para o esmalte, o uso de revestimento hidrofóbico de resina resultou um aumento estatístico significativo de SSBS em esmalte apenas para estratégia ER (3-stepER vs 2-stepER, $p < 0,0002$). DC foi significativamente maior para a estratégia SE ($p < 0,00002$). Para a dentina, o uso de um revestimento de resina hidrofóbica resultou em um aumento significativamente maior de μTBS em dentina apenas para a estratégia SE (2-

stepSE vs 1-stepSE, $p < 0,0007$). GC foi significativamente melhorado nos grupos 2-stepSE e 3-stepER quando comparado com 1-stepSE e 2-stepER, respectivamente ($p < 0,0009$). Concluiu-se que o uso de uma resina hidrofóbica pode ser benéfico para o esmalte com condicionamento seletivo, porque melhora a resistência de união em esmalte quando aplicado de forma convencional. A aplicação de um revestimento de resina hidrofóbica pode melhorar a GC em interfaces de resina/dentina formadas com estratégia de seleção SE. No esmalte, GC pode aumentar com a aplicação de uma resina hidrofóbica revestindo os adesivos de um passo.

de Goes et al.²⁵ 2014 comparou a força de adesão em esmalte e a morfologia interfacial de um adesivo universal com um adesivo autocondicionante de dois passos e dois sistemas de adesivos autocondicionantes. Foram utilizados trinta terceiros molares seccionados, obtendo palitos de esmalte. Para o teste de microtração 48 superfícies de esmalte foram desgastadas e preparadas utilizando lixa de SiC de 600 grit, aleatoriamente divididas em 6 grupos ($n=8$): Scotchbond Universal sem condicionamento [SBU]; SBU com condicionamento [SBU-et]; Clearfil SE Bond sem condicionamento [CSE]; CSE com condicionamento [CSE-et]; Scotchbond Multi-Purpose [SBMP]; Excite [EX]. Os espécimes foram condicionados com ácido fosfórico a 37% por 30 s, cada sistema adesivo foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, em seguida realizada restaurações de resina composta (Filtek Supreme Plus, 3M ESPE). Os espécimes foram seccionados em palitos com área transversal de $0,8 \text{ mm}^2$ e testados sob tensão ($1 \text{ mm} / \text{min}$). Os dados foram analisados com ANOVA um fator e PLSD de Fisher ($\alpha = 0,05$). Para análise de interface, duas amostras de cada grupo foram incorporadas em resina epóxi, polida e, em seguida, observada em microscopia eletrônica (MEV). Os valores de μTBS (em MPa) e os desvios padrão foram: SBU = 27,4 (8,5); SBU-et = 33,6 (9,3); CSE = 28,5 (8,3); CSE-et = 34,2 (9,0); SBMP = 30,4 (11,0); EX = 23,3 (8,2). CSE-et e SBU-et apresentaram os maiores valores de resistência de união, seguidos por SBMP, CSE e SBU, que não diferiram significativamente de EX, o qual mostrou os valores de resistência de união estatisticamente significativamente menores. Imagens das interfaces obtidas pelo SEM mostraram longas *tags* de adesivos penetrando no esmalte desmineralizado nas amostras com condicionamento ácido. Concluiu-se que o condicionamento do esmalte aumentou significativamente a força de adesão para o adesivo universal de uma etapa SBU e

para o adesivo autocondicionante de dois passos CSE.

Foi avaliado (Loguercio et al. ¹⁰ 2015) resistência de adesão em microcissalhamento (μ TBS), e grau de *conversão in situ* (GC) de sete adesivos com diferente modo de aplicação. Foram utilizados 84 terceiros molares extraídos, seccionados em três partes (vestibular, lingual, proximal), divididos em 21 grupos, de acordo com a combinação dos fatores: adesivos (AdheSE Universal [ADU], All-Bond Universal [ABU], Clearfil Universal [CFU], Futurabond U [FBU], GBond Plus [GBP], Prime & Bond Elect (PBE), Adesivo Universal Scotchbond [SBU]), a estratégia de adesão e modo de aplicação (convencional ativo, convencional passivo, autocondicionante ativo e autocondicionante passivo). Os espécimes foram armazenados em água (37°C / 24 h) e testados a 1,0 mm / min (μ TBS). Interfaces esmalte-resina foram avaliadas para GC usando espectroscopia micro-Raman. O padrão de condicionamento do esmalte foi avaliado sob um microscópio eletrônico de varredura de emissão de campo (técnica direta e réplica). Os dados foram analisados com ANOVA dois fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). A aplicação no modo autocondicionante ativo aumentou μ TBS e DC em cinco dos sete adesivos universais quando comparados à aplicação passiva ($p<0,001$). Um pequeno aumento na capacidade de adesão foi observado na aplicação no modo autocondicionante de forma ativa. O GC da GBP e PBE não foram afetados pelo modo de aplicação/estratégia.

Uma revisão sistemática (Rosa et al. ⁴ 2015) foi realizada para determinar se o modo de aplicação convencional ou autocondicionante é o melhor protocolo na adesão de dentina e esmalte por adesivos universais. O estudo seguiu o parecer PRISMA. Um total de 10 artigos foi incluído na meta-análise. Dois revisores realizaram uma pesquisa bibliográfica até outubro de 2014 em oito bases de dados: PubMed, Web of Science, Scopus, BBO, SciELO, LILACS, IBECs e The Cochrane Library. Foram selecionados estudos *in vitro* avaliando a resistência de união de adesivos universais à dentina e/ou esmalte pelas estratégias convencionais e autocondicionantes elegíveis para serem selecionados. As análises estatísticas foram conduzidas usando o RevMan 5.1 (The Cochrane Collaboration, Copenhagen, Dinamarca). Uma comparação global foi realizada com modelos de efeitos aleatórios em um nível de significância de $p < 0,05$. A análise da resistência de união à dentina com o teste de microtração não mostrou diferença estatisticamente significativa entre as estratégias convencional e autocondicionante

para adesivos universais ($p=0,05$). No entanto, para o adesivo ultra-suave All-Bond Universal, a estratégia convencional foi significativamente diferente do modo autocondicionante em termos de resistência de união à microtração em dentina, bem como na análise global da resistência de união ao microcissalhamento em esmalte ($p=0,05$). A força de adesão do esmalte dos adesivos universais foi melhorada com condicionamento de ácido fosfórico, entretanto, esse efeito não foi evidente para a dentina com o uso de adesivos universais suaves com a estratégia convencional.

Foi avaliado por Chen et al. ⁷ 2015 o desempenho à longo prazo da adesão de diferentes adesivos universais utilizando a técnica convencional e autocondicionante de aplicação no esmalte. Foram utilizados 250 dentes humanos divididos em grupos de acordo com: diferentes tipos de adesivos universais (Prime & Bond Elect, Scotchbond Universal, All-Bond Universal, Clearfil Universal Bond e Futurabond U) e dois modos de aplicação (convencional e autocondicionante). Os espécimes foram armazenados em água deionizada por 24 h ou submetidos a um ciclo de envelhecimento térmico de 10.000 ciclos. Foram realizados teste de microtração (μ TBS), microscopia eletrônica de transmissão (TEM) para analisar a interface resina-dentina em amostras não termocicladas e microscopia eletrônica de varredura (MEV) para analisar as interfaces dos espécimes termociclados. Tanto o tipo de adesivo como a condição de teste (com / sem termociclagem) demonstraram influências significativas nas μ TBS. O uso de cada adesivo no modo de aplicação convencional ou autocondicionante não resultam em μ TBS significativamente diferentes para a dentina. As camadas híbridas criadas por estes adesivos no modo de aplicação convencional e no modo de aplicação autocondicionante foram de 0,5 mm de espessura, respectivamente.

O objetivo deste estudo Suzuki et al. ²⁶ 2016 foi determinar a durabilidade de três diferentes adesivos universais em esmalte com diferentes modos de condicionamento através do teste de fadiga. Os três adesivos universais foram: Scotchbond Universal, Prime & Bond Elect, e All-Bond Universal, um adesivo autocondicionante de etapa única, Clearfil S3 Bond Plus foi usado como controle. A resistência de união (RU) e resistência de união por microcissalhamento (RC) ao esmalte foi avaliada em modo de aplicação convencional e autocondicionante. Uma matriz circular de metal de aço inoxidável com um diâmetro interno de 2,4 mm foi usada para ligar o compósito de resinas à superfície plana do dente (4000 grit) para

determinação de RU e RC. Para cada tratamento da superfície do esmalte, 15 espécimes foram preparados para RU e 30 amostras para RC. O teste de fadiga foi então usado para determinar o SFS da resina composta aderida ao esmalte usando 10-Hz frequências para 50.000 ciclos ou até falha. A microscopia eletrônica de varredura foi usada para observar superfícies de amostras com rupturas representativas e interfaces resina-esmalte. Uma análise de variância de dois fatores e o teste post hoc de Tukey foram usados para análise dos dados de RU, enquanto um teste t modificado com correção de Bonferroni foi usado para os dados do RC. Todos os adesivos no modo de aplicação convencional mostraram valores significativamente mais altos de SBS e SFS do que aqueles aplicados no modo autocondicionante. Embora All-Bond Universal em modo autocondicionante mostrou um valor significativamente mais baixo RU do que os outros adesivos, não houve diferença significativa nos valores de RC entre os adesivos neste modo. Todos os adesivos mostraram maiores taxas de RU: RC no modo convencional comparado ao modo autocondicionante. No que diz respeito aos sistemas adesivos utilizados neste estudo, os adesivos universais mostraram ser dependente do material adesivo, modo de aplicação (convencional, autocondicionante) em relação ao aumento resistência de união e durabilidade do adesivo ao esmalte.

Pouyanfar et al.²⁷ 2018 buscaram avaliar a resistência de união de microtração em esmalte usando adesivo universal com/sem condicionamento ácido em comparação à um adesivo convencional de três passos, um de dois passos e adesivos autocondicionantes de dois passos. Este estudo *in vitro* foi realizado em 80 molares humanos extraídos, divididos em cinco grupos (16 cada): adesivo Scotchbond Universal (3M) com/sem condicionamento prévio, Adper Scotchbond Multi Purpose, Single Bond e Clearfil SE Bond. O condicionamento foi realizado com ácido fosfórico a 37% por 20 s, seguido de lavagem e secagem. O adesivo foi então aplicado e fotopolimerizado. Foi utilizada resina e-lite aplicado à superfície do esmalte e fotopolimerizado. Os dentes foram então seccionados e submetidos ao teste de resistência de microtração em uma máquina de testes universal. O modo de falha foi determinado sob um estereomicroscópio. Os dados foram analisados utilizando ANOVA um fator seguido do teste de Tukey. O adesivo universal com condicionamento prévio produziu a maior resistência de união ($p = 0,03$), a comparação entre as técnicas mostrou que a força de adesão deste grupo foi significativamente maior que a do adesivo universal sem condicionamento prévio

($p=0,04$). Nenhuma outra diferença significativa foi notada ($p> 0,05$). Os modos de falha foram significativamente diferentes entre os grupos ($p=0,003$). Concluíram que o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico pode aumentar significativamente a resistência de união adesiva. O adesivo universal sem condicionamento prévio forneceu a resistência de união tão alta quanto a fornecida pelos adesivos aplicados no modo convencional e autocondicionante.

O objetivo do trabalho de Turkistani et al.¹⁵ 2018 foi avaliar a nanoinfiltração em esmalte de diferentes adesivos autocondicionantes usando tomografia por coerência óptica sensível à polarização (PS-OCT). Foram realizadas cavidades classe-V (4 mm de diâmetro a 1 mm de profundidade com todas as margens e paredes localizadas em esmalte em 10 dentes anteriores). Os dentes foram divididos em dois grupos ($n = 5$) e restaurados com Tetric N-Bond Universal (Ivoclar Vivadent, Liechtenstein) e Palfique Bond (Tokuyama Dental Corporation, Japão), seguido por resina Flow da Estelite (Tokuyama Dental Corporation). Os espécimes foram armazenados em umidade por 24 h, logo após foram imersos em solução de nitrato de prata amoniacal por mais 24 h. Posteriormente foram enxaguados e imersos em solução reveladora sob luz fluorescente por 8 h. Foi utilizado na CP- OCT um comprimento de onda de 1310 nm para escanear sete imagens transversais bidimensionais de cada amostra. Cada imagem transversal foi analisada usando o software Image J para quantificar a microinfiltração interfacial da cavidade. O teste t de Student mostrou diferença significativa entre os adesivos testados ($p < 0,05$). O adesivo Palfique Bond apresentou adaptação interfacial inferior, pois obteve maiores valores de microinfiltração do que o grupo que utilizou o adesivo Tetric N-Bond Universal, concluindo que o adesivo com monômero funcional 10-MDP mostrou melhores resultados que o adesivo com monômero 3D-SR.

2.3 Estudos comparando modo de aplicação adesiva (autocondicionante/convencional) em dentina

O objetivo do estudo (Walter et al.¹⁷ 2012) foi testar o desempenho de adesão de adesivos universais autocondicionantes à dentina *in vitro* à longo prazo. Foram utilizados os adesivos Adper Prompt (3M ESPE), Bond Force (Tokuyama), Brush e Bond (Parkell), iBondAuto Etch (Heraeus Kulzer), OptiBond All-In-One (Kerr) e Xeno IV (Dentsply Caulk). O adesivo autocondicionante de duas etapas Clearfil SE Bond

(Kuraray) serviu como grupo controle. Foram utilizados 21 dentes humanos extraídos, divididos em grupos após a criação da camada de esfregaço de dentina. Os adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes, seguido da aplicação de duas camadas de 2 mm de resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE). Os espécimes foram seccionados em palitos após 24 h de armazenamento em água. A resistência de união à microtração (μ TBS) foi analisada imediatamente, após um e dois anos de armazenamento em água, utilizando uma máquina de teste EZTest (Shimadzu). Os espécimes foram analisados também pelo microscópio eletrônico de varredura. Os dados foram analisados por ANOVA dois fatores. O nível de significância foi estabelecido em 0,01 para as comparações pareadas e em 0,05 para os efeitos gerais do modelo. Foi observado que a resistência de união à microtração (μ TBS) diminuiu significativamente ao longo do tempo para Adper Prompt, OptiBond e OptiBond All-In- One no modo autocondicionante. Após dois anos de envelhecimento em água, Bond Force, Brush & Bond, OptiBond All-In-One e Xeno IV tiveram valores médios de μ TBS sem diferença estatisticamente significativa em relação ao Clearfil SE Bond. Após dois anos de envelhecimento em água, o Clearfil SE Bond superou dois dos seis adesivos universais. Isso indica que a composição dos adesivos, e não o modo de aplicação é responsável pelo seu desempenho.

O objetivo deste estudo (Hanabusa et al. ²⁸ 2012) foi testar diferentes adesivos universais com diferentes modos de aplicação: autocondicionante e convencional. Foi utilizado um adesivo de um passo G-Bond Plus (GC, Tóquio, Japão; 1-SEA) em esmalte e dentina de modo convencional e autocondicionante, tanto em dentina úmida como dentina seca, sendo um total de cinco grupos. O teste de resistência de união foi complementado pela análise da interface do esmalte e da dentina utilizando microscopia eletrônica de varredura (MEV). O condicionamento prévio com ácido fosfórico aumentou significativamente a eficácia da ligação de 1-SEA ao esmalte. Uma superfície micro-retentiva claramente aumentada foi revelada por MEV. Para a dentina, não houve diferença estatisticamente significativa na eficácia da ligação quando a 1-SEA foi aplicada de modo autocondicionamento ou convencional. O protocolo convencional de adesão na dentina seca no modo convencional foi significativamente mais eficaz do que a em dentina umida. Concluiu-se que: embora o condicionamento com ácido fosfórico tenha definitivamente melhorado a ligação do adesivo autocondicionante de uma

etapa ao esmalte, mais cuidado deve ser tomado com o condicionamento ácido fosfórico adicional na dentina. Embora a força de adesão não tenha sido reduzida, a interface adesiva mostrou ser estruturalmente mais vulnerável à biodegradação.

O objetivo deste estudo (Wagner et al. ²⁹ 2014) foi comparar a força de união microtração (μ TBS) e adesão da resina em dentina com três adesivos universais (UAs) aplicados em dois diferentes modos de aplicação (autocondicionante ou convencional). O efeito da termociclagem no μ TBS foi também avaliado. O terço oclusal de molares humanos foram removidos e as superfícies expostas foram tratadas com três adesivos universais (Futurabond Universal, Scotchbond Universal Adhesive and All-Bond Universal) em modo autocondicionante ou convencional. Dois adesivos autocondicionantes de um passo (Futurabond DC e Futurabond M) foram aplicados como grupo controle. Depois de aplicados resinas compostas, os espécimes foram armazenados por 24 h em água destilada a 37°C e termociclado por 5.000 ciclos. Palitos de resina/dentina foram preparados (1 mm²) e o teste de μ TBS realizado. Os dados foram analisados usando ANOVA de três fatores e teste de Tukey ($\alpha=0,05$). Um dente adicional foi preparado para cada grupo para avaliação da nanoinfiltração em dentina tingindo os adesivos com um fluorocromo (Rodamina B). Depois do seccionamento longitudinal as interfaces geradas foram examinadas sob microscopia eletrônica de varredura (MEV). O modo de aplicação convencional não afetou significativamente a μ TBS de nenhum dos adesivos universais, quando comparado ao modo de aplicação autocondicionante. Todos os espécimes com condicionamento prévio apresentaram tags de resina consideravelmente mais longas e camadas híbridas mais espessas. A termociclagem não apresentou efeito significativo sobre as μ TBS dos adesivos universais. Concluindo que aplicação do condicionamento ácido antes da aplicação de adesivos universais melhora a penetração da dentina, mas não afeta sua resistência de união à dentina após 24 h ou após a termociclagem de 5000 ciclos.

Munoz et.al ²⁰ 2015 avaliaram a resistência de união resina-dentina (imediate e 6-mês TBS) e nanoinfiltração (NL) de adesivos universais que contém ou não contém di-hidrogenofosfato de metacriloiloxidecilo (10-MDP) e o modo de aplicação convencional e autocondicionante. Quarenta terceiros molares foram divididos em oito grupos para μ TBS (n= 5). Os grupos utilizaram os adesivos Clearfil SE Bond (CSE) e Adper Single Bond 2 (SB) como controles; PicoUniversal,

autocondicionante (PkSe) e convencional (PkEr); Scotchbond Universal Adhesive, autocondicionante (ScSe) e convencional (ScEr); e All-Bond Universal, autocondicionante (AlSe) e convencional (AlEr). Após confeccionadas restaurações com resina compostas, os espécimes foram seccionados longitudinalmente obtendo palitos de resina dentina ($0,8 \text{ mm}^2$). O μTBS dos espécimes foi testado imediatamente (IM) e após 6 meses de armazenamento em água (6M) a $0,5 \text{ mm/min}$. Alguns palitos de cada período de armazenamento foram imersos em nitrato de prata, o NL foi avaliado com microscopia eletrônica de varredura. Os dados foram analisados com ANOVA dois fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Foi constatado que no período IM, PkSe e PkEr mostraram μTBS semelhante aos adesivos de controle ($p < 0,05$) mas aumentou o padrão NL e reduziu μTBS após 6M ($p < 0,05$). ScSe e ScEr mostraram valores intermediários de ITBS no período IM, mas permaneceu estável após 6 meses ($p < 0,05$). AlSe mostrou o menor μTBS ($p < 0,05$), mas μTBS e NL permaneceu estável após 6M ($p < 0,05$). AlEr mostraram IM μTBS mais elevados, mas mostraram degradação após 6M ($p < 0,05$). Concluiu-se com os resultados que os adesivos universais que contêm 10-MDP mostraram μTBS superiores e mais estáveis com NL reduzida nas interfaces após 6 meses de armazenamento de água.

O objetivo deste estudo (Takamizawa et al. ³⁰ 2016) foi determinar a capacidade de adesão da dentina com três novos sistemas adesivos universais sob diferentes modos de aplicação, utilizando testes de fadiga. Foram utilizados os adesivos Prime & Bond [PE] (DENTSPLY Caulk), Scotchbond Universal [SU] (3M ESPE), e All Bond Universal [AU] (Bisco). Um adesivo autocondicionante de convencional de uma etapa, Clearfil Bond SE ONE [CS] (Kuraray Noritake Dental) foi incluso como controle. A resistência ao microcisalhamento (SBS) e a resistência à fadiga ao microcisalhamento (SFS) da dentina humana foram obtidas no modo convencional e autocondicionante. Cada grupo obteve 15 amostras preparadas para o SBS e 30 amostras para SFS. O MEV foi usado para examinar amostras de superfícies dentinárias tratadas e a interface resina / dentina para cada condição de teste. Entre os adesivos universais, o PE no modo convencional mostrou valores significativamente mais altos de SBS e SFS do que no modo autocondicionante. SU e AU não mostraram diferença significativa em SBS e SFS entre o modo convencional e o modo de autocondicionamento. No entanto, o adesivo CS autocondicionante de passo único mostrou valores SBS e SFS significativamente

menores no modo de convencional, quando comparado ao modo autocondicionante. Examinando a proporção de SFS / SBS, para PE e AU, os grupos do modo de aplicação convencional apresentaram maiores valores de adesão do que os grupos de modo autocondicionante.

O objetivo de Wang et al.⁹ 2017 foi examinar as características químicas e morfológicas interfaciais de quatro adesivos autocondicionantes com diferentes monômeros funcionais em adesão à dentina. Além disso, avaliar os efeitos da interação entre monômeros funcionais e dentina no desempenho de ligação *in vitro* em curto prazo dos quatro adesivos. Foram utilizados os adesivos: Clearfil SE Bond (CSE) e Scotchbond Universal (SU) contendo fosfato di-hidrogeno de 10-metacriloxidecilo (10-MDP), Optibond XTR (OX) contendo dimetacrilato de glicerol-fosfato (GPDM) e Adper Easy One (AEO) contendo di-hidrogenofosfato de 6-metacriloiloxihexilo (6-MHP) foram aplicados a superfície da dentina de acordo com as instruções fornecidas pelos fabricantes. A interação entre os monômeros funcionais e a dentina foi caracterizada utilizando-se difração de raio x (TF-XRD) e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A hidrofiliabilidade de cada monômero ácido também foi avaliada por software de desenho de estrutura química. Resistência à tração micro- tração (μ TBS) e nanoinfiltração foram utilizadas para avaliar a eficácia da adesão dos adesivos, imediatamente e após a termociclagem (5° C - 55° C) durante 5.000 ciclos. TF-XRD mostrou que CSE e SU exibiram nanocamadas de 10-MDP-Ca na interface adesiva, mas com intensidade diferente ao reagir com dentina. OX, que contém GPDM, desmineralizou a superfície da dentina mais severamente, formando longas *tags* de resina nos túbulos dentinários, e obteve melhores resultados μ TBS no tempo imediato. A ciclagem térmica afetou negativamente o μ TBS e a nanoinfiltração de AEO e OX, mas não tiveram influência significativa sobre CSE e SU que contêm 10-MDP. Concluíram, portanto, que adesivos autocondicionantes contendo diferentes estruturas / concentrações de monômeros funcionais produziram interfaces adesivas com produtos químicos e as características morfológicas diferentes, que podem ter um impacto direto na ligação.

O objetivo deste estudo (Moritake et al.³¹ 2018) foi determinar o efeito de diferentes métodos de aplicação do adesivo e modos de condicionamento na durabilidade da adesão dentinária dos adesivos universais após ciclagem térmica (CT). Foram utilizados os adesivos: All-Bond Universal (Bisco). Adhese Universal (Ivoclar Vivadent), e Scotchbond Universal (3M ESPE), 600 dentes bovinos com

dentina exposta foram divididos em 12 grupos de acordo com o tipo de adesivo e submetido aos seguintes procedimentos de adesão: 1) modo convencional com aplicação ativa; 2) modo de convencional com aplicação inativa; 3) modo autocondicionante com aplicação ativa; e 4) modo autocondicionante com aplicação inativa. Espécimes foram armazenados em água destilada a 37° C por 24 h e depois sujeito a 5000, 10.000, 30.000 ou 50.000 ciclos entre 5°C e 55°C antes do teste de resistência a tração ao microcisalhamento (RC), criando uma divisão em um total de cinco condições de armazenamento diferentes. Os espécimes da linha de base foram armazenados em água destilada a 37°C durante 24 h. O teste SBS foi realizado a uma velocidade cruzada de 1,0 mm / min. A análise de variância de três fatores revelou que todos os fatores: modo de aplicação, tipo de adesivo, e ciclo térmico influenciaram significativamente os valores de RC ($p < 0,001$), independentemente do modo de condicionamento. Nos grupos de referência, todos os adesivos testados com aplicação ativa tinham valores de RC mais elevados do que aqueles com aplicação inativa, independentemente do modo de condicionamento. Nos grupos CT, valores significativamente mais baixos foram observados a 50.000 ciclosT com aplicação inativa em comparação com aplicação ativa, independentemente do modo de condicionamento. A partir da observação por microscopia eletrônica de varredura de desmineralização e desproteinização interfaces resina/dentina, *tags* maiores de resina densa com mais 50 μm foram observados no modo convencional de aplicação ativa. Por outro lado, as *tags* de resina no modo autocondicionante eram mais, finos e muito mais curtos do que com o modo de aplicação convencional. Comparando a quantia de penetração das *tags* de resina no modo autocondicionante, a aplicação inativa foi muito menor do que com a aplicação ativa. A aplicação ativa é eficaz no aumento da durabilidade da ligação dentinária aos adesivos. Ao usar adesivos universais com diferentes modos de condicionamento, deve ser selecionado o modo de condicionamento e aplicação adequados em conformidade com as condições da cavidade.

O presente estudo (Daneshkazemi et al. ³² 2018) foi realizado para avaliar a resistência de microcisalhamento entre dois tipos de adesivos universais à dentina superficial, aplicados de forma autocondicionante e convencional. Foram confeccionadas 70 amostras utilizando 35 pré-molares extraídos. A dentina superficial foi preparada com discos de carboneto de silício de 800 grit. As amostras foram divididas aleatoriamente em 5 grupos iguais ($n=14$). Os adesivos Scotchbond

universal (3M / USA) e All Bond universal (BISCO / USA) foram aplicados com a técnica autocondicionante e convencional no grupo 1-4 e Adper Single bond 2 (3M / USA) foi usado no grupo 5 com a técnica convencional para o grupo de controle. A resina composta Z250 XT (3M / USA) foi aplicada em tubos de *tygon* nas superfícies das amostras e polimerizada. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h, depois submetidos ao teste de resistência ao microcisalhamento em uma máquina universal de ensaios a uma velocidade de 0,5 mm / min. Os dados foram analisados por ANOVA dois fatores e teste de Tukey. O modo de falha foi determinado usando um estereomicroscópio com aumento de 20X. O nível de significância foi considerado 0/05. A técnica de autocondicionamento para Scotchbond Universal e a técnica de convencional para All bond Universal apresentaram maior resistência à microcisalhamento. O adesivo Adper single bond 2 apresentou a menor resistência de união a um nível significativo em comparação a outros grupos ($p < 0,05$). O modo de falha foi predominantemente adesivo.

Os objetivos dessa revisão sistemática (Elkaffas et al. ³³ 2018) foram avaliar a resistência de união da microtração (μ TBS) de adesivos universais à dentina e realizar uma meta-análise para avaliar a significância das diferenças na μ TBS de um dos adesivos universais mais utilizados (Scotchbond Universal, 3M ESPE), fazendo aplicação no modo convencional e autocondicionante. Foi realizada uma busca eletrônica do MEDLINE / PubMed, ScienceDirect e EBSCOhost. Estudos laboratoriais que avaliaram o μ TBS do adesivo universal à dentina usando o modo convencional ou autocondicionante foram selecionados. Foi realizada uma meta-análise dos estudos revisados para quantificar as diferenças nas μ TBS do adesivo universal Scotchbond. Apenas 10 estudos preencheram os critérios de inclusão para a revisão sistemática. Uma grande variação foi encontrada nos materiais restauradores, na metodologia dos testes nos artigos revisados. Além disso, uma variação também foi observada nas dimensões dos palitos para o teste de microtração. A meta-análise não mostrou diferença estatisticamente significativa entre os modos de aplicação convencional e autocondicionante para o adesivo Scotchbond Universal ($p > 0,05$). Conclusão: Os adesivos universais podem conseguir uma adesão substancial à dentina, independentemente dos modos utilizados (convencional ou autocondicionante).

2.4 Teste de sorção e solubilidade para diferentes sistemas adesivos

O objetivo deste estudo (Itoh et al. ³⁴ 2010) foi avaliar a durabilidade da ligação dentinária de três adesivos autocondicionantes de um passo contendo HEMA em armazenamento de água por um ano e para medir as quantidades de sorção / solubilidade dos adesivos. OptiBond All-In-One (OP), Bonde Force (BF) e Clearfil S3 Bond (S3) foram aplicados os adesivos às superfícies dentinárias de acordo com as instruções do fabricante. A resistência de união à dentina foi determinada usando o teste μ TBS após o armazenamento de água por 24 h, seis meses e um ano. Além disso, a sorção e solubilidade os adesivos polimerizados foram medidos. O μ TBS do S3 e OP diminuiu significativamente após um ano. Por outro lado, para o BF não houve diferenças significativas em μ TBS entre todos os períodos de armazenamento. Houve diferenças significativas na sorção de água e solubilidade entre os adesivos (BF > S3 > OP). Concluiu-se, portanto que as quantidades iniciais de sorção e solubilidade dos três adesivos não afetaram sua durabilidade de ligação à dentina.

O objetivo deste estudo (Hosaka et al. ³⁵ 2010) foi avaliar a relação entre mudanças no módulo de elasticidade e resistência máxima à tração dos adesivos autocondicionantes de um passo e seu grau de sorção de e solubilidade. Foram utilizados cinco adesivos autocondicionantes de um passo, Xeno IV (Dentsply Caulk), G Bond (GC Corp.), Clearfil S3 Bond (Kuraray Medical Inc.), Bond Force (Tokuyama Dental Corp.) e One-UpBond F Plus (Tokuyama Dental Corp.). Dez espécimes em forma de palitos de cada adesivo foram utilizados para obter o módulo de elasticidade pelo teste flexural de três pontos e a resistência máxima de tração pelo teste de microtração. O módulo de elasticidade e a resistência máxima a tração foi medida em condições secas e úmidas antes/depois da imersão em água por 24 h. A sorção de água foi medida, usando uma modificação do padrão ISO- 4049. Cada resultado do módulo de elasticidade e resistência máxima à tração foi analisado estatisticamente por meio do teste de ANOVA dois fatores e o resultado da sorção de água foram analisados estatisticamente usando o teste ANOVA um fator. Análise ANOVA foi usada para determinar as correlações entre o módulo de elasticidade e a resistência máxima à tração nos estados: seco ou úmido e também a diminuição percentual destas propriedades antes/depois da imersão em água vs. sorção de água. Através dos resultados no estado seco, o módulo de elasticidade

dos cinco polímeros dos adesivos variou de 948 a 1530 MPa, enquanto as resistências máxima à tração variaram de 24,4 a 61,5 MPa. Os espécimes úmidos apresentaram menor módulo de elasticidade (de 584 a 1073 MPa) e resistência máxima à tração (de 16,5 a 35,0 MPa). A sorção de água variou de 32,1 a 105,8 gmm-3. Concluíram, portanto, que o módulo de elasticidade e resistência máxima à tração dos adesivos diminuiu significativamente após o armazenamento em água. A sorção e solubilidade dos adesivos dependeram dos constituintes dos sistemas adesivos. As reduções percentuais na resistência máxima à tração dos adesivos foram relacionadas à sorção e solubilidade dos adesivos, enquanto as reduções percentuais no módulo de elasticidade dos adesivos não foram relacionadas à sorção e solubilidade dos mesmos.

Foram avaliados por Reis et al. ¹⁶ 2013 os efeitos da temperatura do ar em relação à evaporação do solvente de diferentes adesivos, utilizando teste de sorção e solubilidade e máxima resistência à tração (μ TBS) de adesivos convencionais simplificados. Quatro adesivos convencionais simplificados (Adper Single Bond 2 [SB]; TeEconom [TE]; XP Bond [XP] e Ambar [AM]) foram selecionados. Os espécimes em forma de disco foram preparados dispensando o adesivo não fotopolimerizado em um molde (5,8 mm x 0,8 mm). A evaporação do solvente foi realizada utilizando-se calor (60 ° C) ou corrente de ar frio (20 ° C) por 40 s. Após a dessecação, os espécimes polimerizados foram pesados e armazenados em água destilada para avaliação da difusão cinética de água ao longo de um período de 28 dias. Para a medição μ TBS, os espécimes de adesivos em forma de ampulheta foram preparados e utilizados no teste de máxima resistência à tração. Os dados de cada teste foram avaliados com ANOVA dois fatores e teste de Tukey a um nível de confiança de 95%. A sorção e solubilidade da água variaram significativamente entre os materiais, mas não houve diferença significativa observada entre condições quentes e frias ($p > 0,05$). TE e AM apresentaram a menor sorção e solubilidade em água ($p < 0,05$). Para SB, TE e XP, o uso de uma corrente de ar quente resultou em maior resistência à tração final ($p < 0,05$) em ambas as condições experimentais. Portanto, através dos resultados observamos que a sorção de água e a solubilidade dos materiais parecem ser mais influenciadas pela sua composição do que pela temperatura utilizada para a evaporação do solvente. Para alguns adesivos, o uso de um fluxo de ar quente pode apresentar maior resistência à tração final.

O objetivo do estudo de Emamieh et al. ³⁶ 2014 foi avaliar a máxima

resistência à tração (μ TBS) de dois adesivos convencionais de dois passos e um de um passo, após diferentes tempos de secagem e períodos de armazenamento. Foram utilizados três adesivos: Adper Single Bond 2 (ASB), One-Step Plus (OSP) e Clearfil S3 Bond (CSB). As amostras foram confeccionadas em forma de haltere, cada adesivo foi dividido em seis grupos de acordo com: tipo de secagem (sem secagem do ar antes da fotopolimerização; com secagem de ar; e 3 h de secagem para evaporação de todo solvente) e tempo de armazenamento imediato e após 24 horas de (n=10). O tempo de secagem e armazenamento tiveram um efeito significativo na μ TBS. OSP mostrou uma maior taxa de evaporação sob secagem passiva ao ar, e OSP e CSB mostraram valores μ TBS mais elevados em comparação com ASB ($P < 0,05$). A secagem ao ar melhorou o μ TBS em OSP e CSB, mas não no ASB. Da mesma forma, o armazenamento de água afetou apenas o μ TBS de OSP e CSB. Concluiu-se, portanto que os efeitos da secagem ao ar e período de armazenamento de água em μ TBS são dependentes. Sempre que a evaporação do solvente melhorou a μ TBS do adesivo, o armazenamento de água diminuiu. O adesivo autocondicionante pode maximizar suas melhores propriedades quando o solvente é seco por um longo período.

O objetivo (Gutierrez et al. ³⁷ 2017) foi avaliar o efeito da adição de nanopartículas de cobre (CN) em diferentes concentrações em um adesivo de dois passos convencional (2-ER) sobre a atividade antimicrobiana (AMA), liberação de cobre (CR), máxima resistência à tração (μ TBS), grau de conversão (DC), sorção (WS), solubilidade (SO), bem como as resistências de união resina-dentina imediata (IM) e após 1 ano (μ TBS) e nanoinfiltração (NL). Foram formulados sete adesivos de acordo com a adição de CN (0; 0,0075; 0,015; 0,06; 0,1; 0,5 e 1 wt%) nos adesivos. A AMA foi avaliada com a diminuição do *Streptococcus mutans* utilizando ensaio de difusão em ágar. Os espécimes dos testes de CR, WS e SO, foram testados durante 28 dias. Para μ TBS, os espécimes foram testados após 24h e 28 dias. Para GC, os espécimes foram confeccionados e testados após 24 h com FTIR. Após a remoção do esmalte, o 2-ER foi aplicado na dentina, em seguida aplicado resina composta e seccionados para obter palitos com interface resina-dentina. Para μ TBS e NL, os espécimes foram testados após períodos de 24 horas e 1 ano. Todos os dados foram submetidos à análise estatística ($p=0,05$). Os resultados demonstraram que a adição de CN forneceu um aumento da ação AMA aos adesivos em todas as concentrações comparadas ao grupo controle. Uma maior

liberação de CR foi observada em adesivos com maior concentração de CN. Os resultados de μ TBS, GC, WS e SO não demonstraram diferenças significantes. Para o μ TBS observou aumento no grupo de cobre 0,1 e 0,5%. Para NL, uma diminuição significativa foi observada em todos os grupos em comparação com o grupo controle. Após 1 ano, não foram observadas reduções significativas de μ TBS e nenhum aumento significativo de NL para adesivos contendo cobre em comparação com o grupo controle. Concluíram que a adição de CN em concentrações de até 1% em massa no adesivo 2-ER pode ser uma alternativa para fornecer AMA preservando a adesão à dentina, sem reduzir as propriedades mecânicas dos adesivos avaliados.

Bahrololumi et al.¹¹ 2017 avaliaram a influência do armazenamento de água na resistência à tração (μ TBS) e alterações de massa (MC) de dois adesivos universais, tendo como grupo controle um adesivo convencional. Foram confeccionados 10 espécimes em forma de disco de cada adesivo; Scotchbond Universal (SCU) AllBond Universal (ABU) e Adper Single Bond 2 (SB2) para análise de MC. Os dados foram analisados após 1 e 28 dias de armazenamento de água, sua massa foi medida e comparada para estimar a sorção e solubilidade. Para o teste μ TBS, 20 espécimes em forma de palitos foram preparados para cada adesivo em dois subgrupos de 1 e 28 dias de armazenamento de água. Através dos resultados obtidos foi possível analisar que a alteração de MC foi significativamente menor para SCU e ABU do que para SB2 ($p < 0,05$) em ambos os intervalos de tempo. Nos três adesivos, o MC foi significativamente menor em 28 dias em comparação com o de um dia ($p < 0,05$). Da mesma forma, μ TBS foi significativamente maior para SCU e ABU do que SB2 em ambos os intervalos de armazenamento ($p < 0,05$). Após 28 dias, o μ TBS aumentou significativamente para adesivos universais ($p < 0,05$). Os resultados de MC e μ TBS dos diferentes adesivos foram dependentes tanto dos materiais quanto do tempo de armazenamento em água; ambos os adesivos universais mostraram menor sorção e solubilidade e maiores valores de μ TBS do que o grupo controle.

3. PROPOSIÇÃO

3.1 Proposição geral

O objetivo deste trabalho foi avaliar a efetividade de adesão e propriedades do monômero 3D-SR em comparação com o monômero 10-MDP em esmalte e dentina e sorção e solubilidade.

3.2 Proposição específica

- 1- Avaliar a resistência de união, através dos testes de microtração e microcisalhamento, em dentina e esmalte respectivamente de diferentes adesivos comparando dois tipos de monômeros funcionais de modo convencional e autocondicionante.
- 2- Avaliar a nanoinfiltração de diferentes adesivos em dentina comparando dois tipos de monômeros funcionais de modo convencional e autocondicionante.
- 3- Avaliar sorção e solubilidade de diferentes adesivos universais comparando dois tipos de monômeros funcionais (3D-SR e 10-MDP).

4 MATERIAL E MÉTODOS

Os experimentos foram aprovados pela Comissão de Ética em Pesquisa pela Universidade Estadual de Ponta Grossa sob parecer 1.652.555 (ANEXO A).

4.1 Desenho experimental

Foram utilizados setenta e dois dentes hígidos. Os dentes foram aleatoriamente divididos de acordo com o tipo de monômero dos adesivos: dois adesivos com monômero funcional 10-MDP e um adesivo com monômero funcional 3D-SR: (1) Ambar Universal (AU) – [FGM Prod. Odont. Ltda, Joinville, SC, Brazil], (2) Single Bond Universal (SU) - [3M ESPE, St. Paul, MN, EUA], e (3) Palfique Bond (PB) - [Bond Force, Tokuyama, Osaka, Japan] respectivamente, associados ao modo de condicionamento dos substratos (esmalte/dentina) (Figura 1), utilizados de acordo com as instruções mostradas na Tabela 1.

Figura 01- Fluxograma com a distribuição dos grupos experimentais.

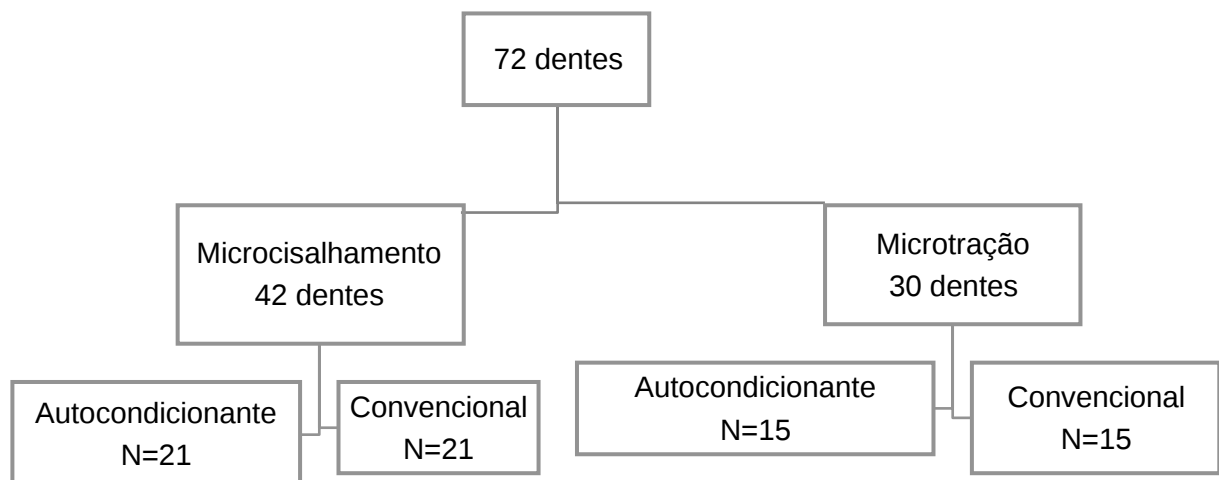


Tabela 1. Sistemas adesivos, número de lotes, composição e estratégia de aplicação.

Sistema Adesivo (lote)	Composição	Estratégia de aplicação (*)	
		Auto-condicionante (SE)	Condicionamento total (ER)
Ambar Universal - FGM	10-MDP, UDMA, HEMA, Monômeros hidrofílicos metacrilatados, Etanol, Água ultra pura, dióxido de silício silanizado, CQ, Etil 4-dimetilaminobenzoato, Tensoativo, Fluoreto de sódio	1. Aplicar duas camadas com um microbrush ativamente por 20 s (10 s cada camada); 2. Secar cuidadosamente com jato de ar durante 10 s; 3. Fotoativar por 10 s.	1. Aplicar o ácido por 15 s; 2. Enxaguar completamente; 3. Remover o excesso de água com jato de ar; 4. Aplicar o adesivo igual ao modo autocondicionante.
Palfique Bond-Tokuyama	Monômero de ácido fosfórico, Bisfenol A di (2-hidroxi propoxi) dimetacrilato (Bis - GMA), trietilenoglicol dimetacrilato, 2-hidroxietil metacrilato (HEMA), canforquinona, álcool isopropílico e água purificada.	1. Aplicar duas camadas do adesivo ativamente por 20 s; 2. Esperar 10 s. 3. Secar cuidadosamente com jatos e ar por 5 s. Fotoativar por 10 s.	1. Aplicar o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Remover o excesso de água com jato de ar por 2s; 4. Aplicar o adesivo igual ao modo autocondicionante.
Scotchbond Universal - 3M ESPE	10-MDP, HEMA, (BisGMA), Decametileno dimetacrilato, Etanol, Sílica tratada de silano, Água, Copolímero de acrílico e ácido etacônico, CQ, N, NDimetilbenzocaína.	1. Aplicar o adesivo ativamente por 20 s e se necessário reaplicar o adesivo; 2. Secar cuidadosamente com jato de ar por 5 s, até que o adesivo não se mova e so solvente evapore completamente 3. Fotoativar por 10 s a 1200 mW/cm ² .	1. Aplicar o ácido por 15 s; 2. Enxaguar por 10 s; 3. Remover o excesso de água com jato de ar por 2s; 4. Aplicar o adesivo igual ao modo autocondicionante.

4.2 Preparo das amostras para microcissalhamento

Para análise do teste de microcissalhamento foram expostas quatro superfícies planas de esmalte de 42 dentes selecionados (vestibular, lingual e proximais), após desgastar a superfície do esmalte com papel SiC de granulação # 180 por 60 segundos, sob irrigação constante de água, para padronização da superfície de esmalte foi utilizado papel SiC granulação # 600 por 60 segundos. Depois foram removidas as raízes e em seguida fixadas em um dispositivo para adaptação na

máquina de corte manual Isomet Low Speed Saw (South Bay Technology Inc. Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) foi utilizado sob-refrigeração um disco diamantado (Extec Dia, Wafer blade 5"x. 015x1/2, Extec Corp, Enfield, CT, USA) para seccionar longitudinalmente a coroa em dois cortes no sentido mesio-distal e disto-mesial, obtendo 4 fragmentos de dentes.

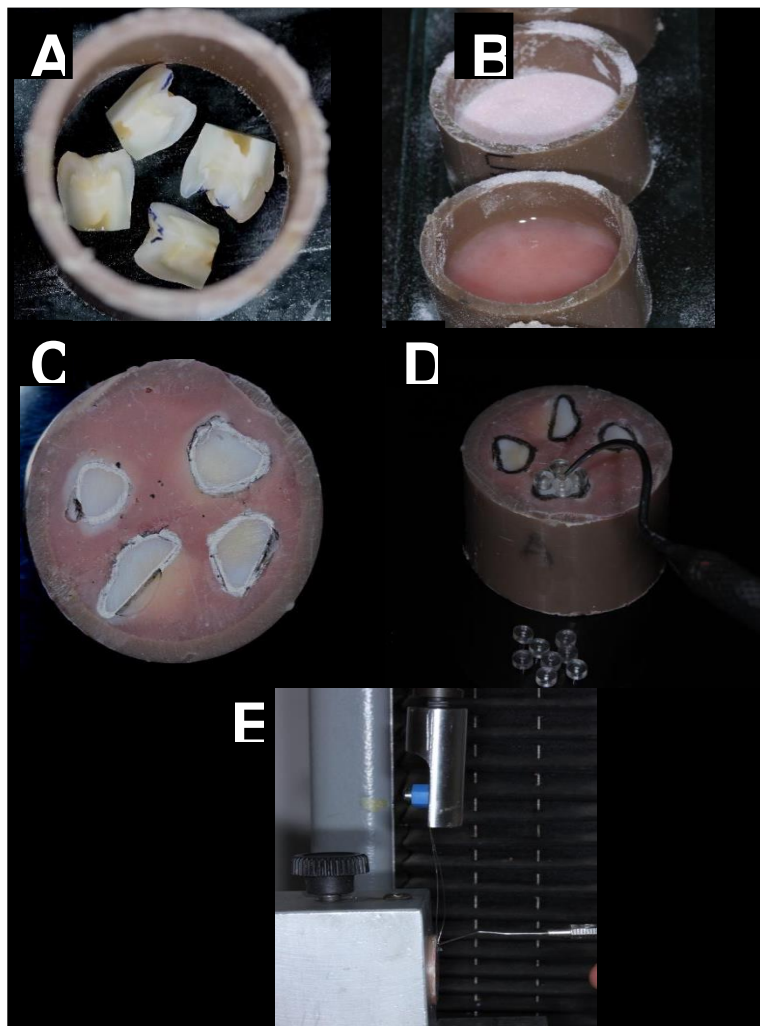
Antes de aplicar o adesivo, os fragmentos foram inseridos em um anel de cloreto de polivinilo fixados com resina acrílica quimicamente ativado (AutoClear, DentBras, Pirassununga, São Paulo, Brasil), exibindo a superfície do esmalte na parte superior do cilindro, as quais foram polidas com lixas de papel de carbeto de silício progressivamente com granulação, #400 e #600 por 60 s. Sobre a superfície dos espécimes foi colocada uma fita adesiva de dupla face (Adelbras Ind e Com Adesivos Ltda, São Paulo, Brasil) perfurada com um perfurador de dique de borracha Hygenic Ainsworth (Coltene, Alstätt, Suíça). Após a aplicação do sistema adesivo, respeitando as instruções do fabricante e as diferentes estratégias do modo de aplicação padronizadas pelo presente estudo, tubos de *Tygon* de polietileno (Tygon Medical Tubing Formulações 54-HL, Saint Gobain Performance Plastics, Akron, OH, EUA) com um diâmetro interno de 0,8 mm foram seccionados para obter matrizes com 0,5 mm de altura. Uma segunda seção lateral foi feita para reduzir o diâmetro externo da matriz. Cada matriz foi colocada sobre a fita de dupla face com o lúmen coincidente com uma perfuração. O operador treinado na técnica μ TBS posicionou de sete a nove matrizes por dente.

As resinas compostas foram inseridas cuidadosamente dentro de cada tubo, e uma matriz Mylar limpa foi colocada sobre o tubo cheio de resina e pressionado suavemente. As resinas foram fotopolimerizadas por 20 s, todos os procedimentos restauradores foram realizados com uma lupa de aumento de 5x. Após o armazenamento dos dentes restaurados em água destilada durante 24 horas a 37°C, os tubos de *Tygon* e a fita adesiva de dupla face foram cuidadosamente removidos, expondo os cilindros de resina composta. Cada espécime foi examinado sob um estereomicroscópio em 100x (Olympus SZ40, Tóquio, Japão) para identificar os espécimes com evidência de bolhas de ar ou lacunas na interface, os quais foram descartados.

Os espécimes foram submetidos a um teste de microcisalhamento (Odeme Biotechnology) e testado em uma Máquina de teste universal (Kratos IKCL 3-USB,

Kratos Equipamentos Industriais Ltda, Cotia, São Paulo Paulo, Brasil). Um fio (0,2 mm de diâmetro) foi conectado em torno da base de cada cilindro composto, fazendo contato com a metade de sua circunferência, mantendo a ligação alinhada na interface resina-esmalte, à conexão do fio e o centro da célula de carga para garantir a orientação correta da força de cisalhamento. Uma carga de cisalhamento foi aplicada à uma velocidade de 1 mm/min até a falha. Os valores de μ SBS foram calculados dividindo a carga em falha pela área de superfície (mm^2) para determinar a ligação da força de cisalhamento em MPa. Os preparos das amostras para microcisalhamento em esmalte é mostrado na Figura 2.

Figura 2. Preparo dos dentes para o teste de microcisalhamento.



Fonte: A autora

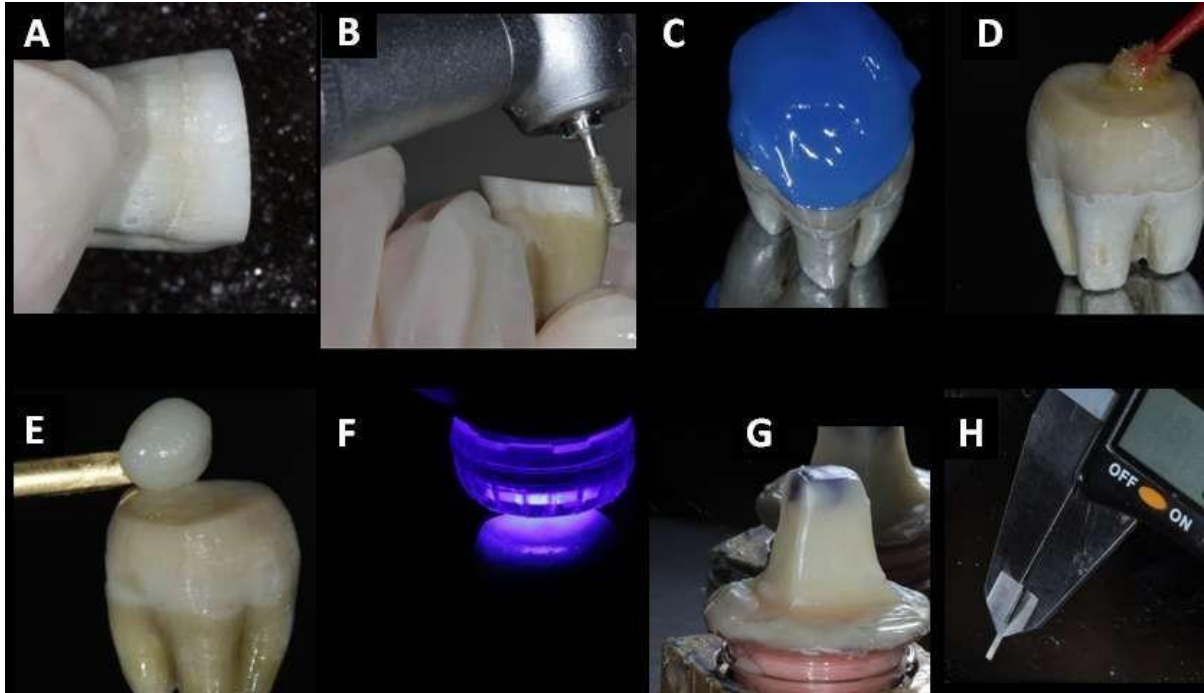
4.3 Preparao das amostras para microtração

Foram utilizados trinta dentes para o teste resistência de união de microtração da dentina. Todo esmalte da superfície oclusal foi removido, após exposição da superfície dentinária, foi utilizado uma lixa de carboneto de silício (SiC) de granulação # 180, sob irrigação constante de água até obter uma superfície livre de esmalte. O esmalte lateral foi desgastado com uma ponta diamantada nº 4137 (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) em alta rotação sob irrigação constante deixando unicamente tecido dentinário. Para padronização da *smear layer* foi utilizado uma lixa de carboneto de silício (SiC) de granulação # 600 (Extec, Enfield, CT, EUA) sob irrigação a água por 60 s para padronizar a *smear layer*.

O sistema adesivo foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante (Tabela 01) e padronização do estudo. Após o procedimento adesivo, todos os dentes receberam restauração em resina composta (Opallis, FGM Prod. Odont. Ltda, Joinville, SC, Brazil) com dois incrementos de 2 mm de cada vez. Cada incremento foi polimerizado à luz por 40 segundos com um fotopolimerizador LED ajustada em 1200 MW/cm² (Radii-cal, SDI Limited, Bayswater, Victoria, Austrália). Um radiômetro (Demetron LED Radiometer, Kerr Sybron Dental Specialties, Middleton, WI, EUA) foi utilizado para verificar a intensidade da luz após cinco espécimes.

Após o armazenamento dos dentes restaurados, em água destilada á 37° C durante 24 horas, os espécimes foram seccionados longitudinalmente no sentido mesio-distal e vestibulo-lingual, através da interface de união com um disco de diamante de baixa velocidade (Isomet, Buehler Ltd, Lago Bluff, IL, EUA) para obter palitos de dentina e resina composta com área de seção transversal de aproximadamente 0,8 mm², os quais foram mensurados com um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Tóquio, Japão). Três palitos radomizados de cada dente, que não foram testados por μ TBS foram utilizados para o teste de nanoinfiltração. Os palitos de interface resina-dentina foram fixados em uma garra Geraldeli jig40 (Odeme Biotechnology, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil) com adesivo de cianoacrilato, que, por sua vez, foi acoplada a uma máquina de ensaios universal (Kratos Dinamometros, Cotia, São Paulo, Brasil) e tracionados até sua fratura a uma velocidade de 0,5 mm/min. Os valores de μ TBS foram calculados dividindo a carga de falha pela área de ligação transversal. Todos os passos do preparo dos dentes para o teste de microtração são mostrados na Figura 3.

Figura 3. Preparo dos dentes para o teste de microtração: A) Remoção do esmalte na fase oclusal. B) Remoção de esmalte nas faces proximais. C) Aplicação de ácido fosfórico a 37% por 15 s nos grupos com aplicação de modo convencional. D) Aplicação ativa do sistema adesivo (duas camadas). E) Aplicação resina composta nanoparticulada Filtek Z-350 (3M ESPE) e fotopolimerização. F) Aplicação e fotoativação de incrementos de 2 mm de resina composta. G) Cobertura de cera pegajosa nos dentes para corte de palitos. H) Medição dos palitos com paquímetro.



Fonte: A autora

4.4 Análise de nanoinfiltração por microscopia eletrônica de varredura.

Três palitos randomizados de cada dente, que não foram testados para μ TBS, foram imersos em solução amoniacal de nitrato de prata a 50% em peso por 24 h em ambiente escuro protegido da luz. Então, os espécimes foram lavados em água destilada e armazenados em solução reveladora (Kodak, Rochester, Nova York, EUA) sob luz fluorescente por 8 h para que houvesse redução dos íons de prata ao longo das microporosidades na interface de união. Depois disso, os espécimes foram fixados em *stubs* de alumínio e polidos com lixas de SiC de granulação #600, #1000, #1200, #1500, #2000 e #2500 e pastas diamantadas granulação 1 e 0,25 μ m (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, EUA), com banho em cuba ultrassônica entre as lixas por 5 min. Posteriormente, os *stubs* contendo os espécimes foram lavados em cuba ultrassônica por 30 min, desidratados em ambiente contendo sílica e metalizados com carbono-ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) (Figura 4). As interfaces foram observadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV) no modo de elétrons retroespalhados a 12 kV (VEGA 3 TESCAM, Shimadzu, Tóquio, Japão), na

magnificação de 600x.

Três microfotografias foram obtidas para cada espécime: a primeira ao centro, e as outras duas a 0,3 mm para direita e esquerda a partir da primeira microfotografia. A porcentagem de nanoinfiltração dentro da camada adesiva e híbrida foi mensurada por um software específico de domínio público (Image J software program version 1.42q; NIH, Bethesda, MD).

Figura 4. Preparo dos corpos de prova para o teste de nanoinfiltração.



Fonte: A autora

4.5 Testes de sorção e solubilidade

Foi utilizada uma matriz metálica cilíndrica (5,0 mm de diâmetro, 1,0 mm de espessura; Odeme Prod Odont Ltda, Joaçaba, SC, Brasil) para a confecção dos corpos de prova (CPS). Foram confeccionados dez CPS para cada adesivo. Aplicou-se vaselina na base da matriz, em seguida, uma matriz de poliéster foi colocada em contato com a base da matriz.

Removeu-se o excesso de vaselina sobre a matriz e depois do deslocamento da matriz cada tipo adesivo foi gotejado dentro da matriz até o completo preenchimento. Todas as bolhas de ar visíveis dos adesivos foram cuidadosamente retiradas com auxílio de um microaplicador ou sonda (Microbrush® FGM, Prod. Odont. Ltda, Joinville, SC, Brasil). A evaporação do solvente foi realizada com um jato de ar

por 40 s a uma distância de 10 cm.

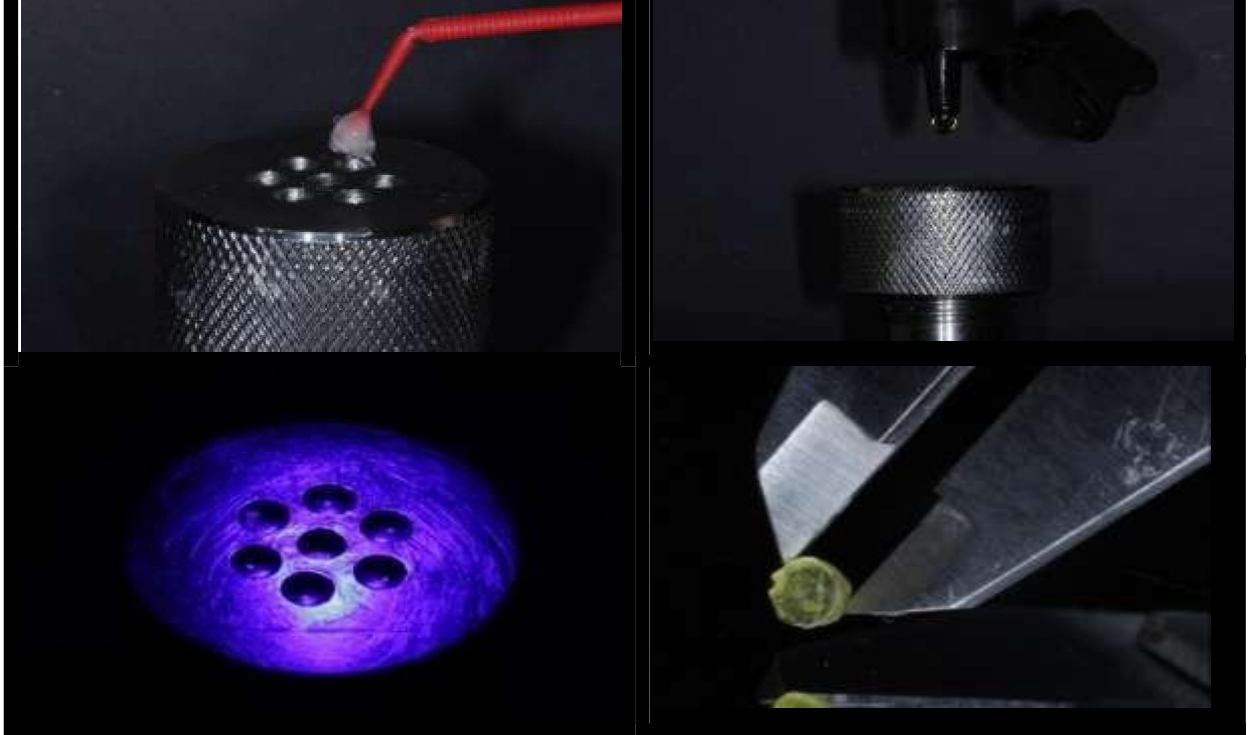
Outra tira de poliéster foi colocada sobre a matriz e os adesivos foram ativados por 40 s com o fotopolimerizador do tipo de LED Radii-cal (SDI, Bayswater, Victoria, Austrália) com uma intensidade de luz de 1200 mW/cm². Os espécimes foram removidos cuidadosamente da matriz com o auxílio de uma lâmina de bisturi sendo também removidas todas as rebarbas de adesivo. Os CPS permitiram sua remoção da matriz metálica sem sofrer deformações permanentes. Em seguida, foram colocados em um dessecador (ependorfes com sílica gel no fundo e gaze por cima da sílica) e transferidos para uma estufa a 37°C. Após 24 h, os espécimes foram periodicamente pesados em uma balança analítica até obtenção de uma massa uniforme, ou seja, m₁ (a perda de massa do espécime foi de menos de 0,1 mg entre dois períodos consecutivos de 24 h). Quando esta massa uniforme foi alcançada, a espessura e o diâmetro dos espécimes foram mensurados usando um paquímetro digital (Absolute Digimatic, Mitutoyo, Tóquio, Japão) com três casas decimais de precisão, e estas medidas foram empregadas para calcular o volume (área x espessura) de cada espécime em mm³ (Figura 5).

Depois da estabilização do peso, os espécimes foram colocados individualmente em ependorfes contendo 10 mL de água destilada, cada um, e recolocados na estufa a 37°C. Após períodos fixos de 1 h (até 8 h) e 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 14 e 28 dias, os ependorfes foram removidos da estufa e mantidos em temperatura ambiente por 30 min. Após cada um destes períodos, os espécimes foram secos com papel absorvente e pesados em uma balança analítica (m₂) e retornados para a água destilada. Assim a massa de cada espécime foi mensurada de hora em hora (até 8 h) no primeiro dia e diariamente até o sétimo dia, depois a massa foi mensurada após 14, 28 dias. Após o período de 28 dias, os espécimes foram removidos da água destilada, armazenados novamente em ependorfes com sílica gel e pesados diariamente até obtenção de uma massa constante (m₃) da mesma forma que o descrito em m₁.

Para obtenção do valor do volume (m₁, m₂, m₃) foram feitas três mensurações, calculando-se a média entre elas em cada tempo. A massa inicial (m₁) foi usada como parâmetro para verificar a mudança de massa de cada material após um intervalo fixo de tempo, durante os primeiros 28 dias. A sorção de água (SA) e a solubilidade (SO) durante o período de 28 dias foram calculadas para cada material com as seguintes fórmulas:

$$SA = (m_2 - m_3)/V \text{ e } SO = (m_1 - m_3)/V.$$

Figura 5. Confeção corpos de prova para teste de sorção e solubilidade.



Fonte: A autora

4.6 Análises estatísticas

Foi realizada uma média dos valores de resistência de união à esmalte e dentina e nanoinfiltração à dentina obtidos para fins estatísticos de modo que a unidade experimental neste estudo foi o dente. O μ TBS (MPa) e os dados de NI (%) foram submetidos a ANOVA dois fatores (modo de aplicação do sistema adesivo vs. Sistema adesivo) e teste de Tukey com um nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Microtração e Microcisolamento

As médias e os respectivos desvios padrão do teste de resistência de união (RU) em esmalte e dentina encontram-se na Tabela 2. A análise de variância de dois fatores apresentou significância estatística entre os fatores: adesivos vs. modo de aplicação em dentina e adesivo vs. adesivo e adesivo vs. modo de aplicação em esmalte. Diferença significativa entre os tratamentos ($p < 0.001$).

Tabela 2. Médias e desvios padrão (MPa) da resistência de união em dentina (microtração) e esmalte (microcisolamento) e estratégia de aplicação.

	Microtração		Microcissalhamento	
	Estratégias			
	CC	SC	CC	SC
SU	16.91±3.56 a	19.41±3.57 a	34.77±8.25 A,a	30.96±5.98 A,a
AU	16.96±2.57 a	17.22±2.86 a	30.89±8.75 A,a	30.57±8.14 A,a
PU	15.82±2.81 a	14.74±2.25 b	31.09±8.01 A,a	24.13±4.38 B,b

Letras maiúscula significam diferenças estatísticas significativas entre adesivos e minúscula entre as estratégias de adesão.

A maior média de resistência de união por grupo amostral em MPa em dentina foi de $19,41 \pm 3,57$ obtido pelo grupo SUSC e o menor resultado foi do grupo PUSC de $14,74 \pm 2,25$. Em relação às diferentes estratégias não houve diferença significativa, em relação aos tipos de adesivos, o subgrupo SU apresentou valor de RU estatisticamente superior para o grupo PU.

Quando foi avaliado RU em esmalte o grupo SU apresentou os menores valores de RU com a estratégia de aplicação SC (24.13 ± 4.38), sendo estatisticamente significativo em relação aos outros grupos. Notamos que com a estratégia CC os valores de PU não apresentaram diferença significativa em relação aos outros adesivos.

5.2 Nanoinfiltração

Os dados das médias e desvios padrão (%) de NI para todos os grupos experimentais estão apresentados na Tabela 3. Diferença significativa entre os tratamentos ($p < 0,0001$); Sistemas adesivos ($p < 0,0001$) e modo de aplicação do adesivo ($p = 0,0001$) foram observados.

Tabela 3. Média e respectivos desvios padrão (%) dos valores de nanoinfiltração obtidas em cada condição experimental.

Adesivos	Estratégias	
	CC	SC
SU	04.77±3.32 A,a	04.72±3.26 A a
AU	12.67±2.86 B,b	15.74±3.32 B,b
PU	05.42±2.17 A,a	11.42±2.80 B,b

Letras maiúscula significam diferenças estatísticas ignificativas entre adesivos e minúscula entre as estratégias de adesão

Observamos que em relação à estratégia de aplicação o grupo PU apresentou maiores valores de nanoinfiltração com a estratégia SC (15.74±3.32). Utilizando a estratégia CC observamos que apenas o grupo AU apresentou diferença estatística significativa com maiores valores de nanoinfiltração (12.67±2.86 B,b).

A menor média de nanoinfiltração foi observada com a estratégia SC no grupo SU (4.72±3.26), que acabou apresentando os menores valores de nanoinfiltração independente das estratégias de aplicação.

5.3 Sorção e solubilidade

Os dados das médias e desvios padrão (%) de sorção e solubilidade para todos os grupos experimentais estão apresentados na Tabela 4. Diferença significativa entre os sistemas adesivos ($p \geq 0.05$) foi observada.

Tabela 4. Média e desvios padrão de sorção ($\mu\text{g}/\text{mm}^3 \cdot 10^{-6}$) e solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3 \cdot 10^{-6}$) obtidos em cada condição experimental (*).

	Sorção ($\mu\text{g}/\text{mm}^3 \cdot 10^{-6}$)	Solubilidade ($\mu\text{g}/\text{mm}^3 \cdot 10^{-6}$)
Adhesive	56-dias	
Palfique	403.5 ± 83.9^B	187.7 ± 28.0^b
Ambar	151.8 ± 35.6^A	97.1 ± 43.6^a
Single Bond	127.0 ± 36.4^A	64.8 ± 13.7^a
Letras maiúscula significam diferenças estatísticas significativas entre adesivos de sorção e minúscula de solubilidade (Tukey's test, $p \geq 0.05$).		

Observamos que em relação aos sistemas adesivos apenas PU apresentou maiores valores de sorção (403.5 ± 83.9) e solubilidade (187.7 ± 28.0). Em relação aos adesivos AU e SU não notamos diferença significativa, no entanto notamos que os menores valores de sorção e solubilidade foram encontrados no adesivo SU (127.0 ± 36.4 ; 64.8 ± 13.7) respectivamente.

6 DISCUSSÃO

A maior resistência de união encontrada para os adesivos AU e PU tanto em esmalte, quanto em dentina independente do modo de aplicação, esse resultado pode ser explicado pela presença do monômero 10-MDP em sua composição, o qual apresenta capacidade de ligação química às estruturas rígidas dentárias, permitindo uma ligação estável aos substratos dentinários mesmo à longo prazo (Reis et al. ³⁸ 2009; Perdigao et al. ³⁹ 2014). Além do que, os adesivos contendo o monômero 10-MDP são menos hidrofílicos devido à longa cadeia molecular, fazendo com que a interação entre 10-MDP e hidroxiapatita formem nanocamadas, sendo considerado, portanto, um adesivo hidroliticamente mais. (Anchieta et al. ⁴⁰ 2015).

O monômero 10-MDP forma uma camada estável pela deposição de sais de MDP-Ca na interface adesiva, aumentando sua resistência mecânica, estabelecendo uma interação química muito intensa e estável com a hidroxiapatita. A formação de sais de MDP-Ca insolúveis em água contribui para a proteção das fibras de colágeno na dentina. A intensa interação química estabelecida entre o monômero 10-MDP e hidroxiapatita é atribuída à dissolução superficial da hidroxiapatita induzida pela adsorção de 10-MDP e subsequente deposição de sais de MDP-Ca com menor solubilidade do que os sais produzidos por outros monômeros. Este monômero é composto por um radical polimerizável metacrilato e por um radical fosfórico. Esta cadeia espaçadora é a maior justificativa para o 10-MDP possuir ótimas propriedades físico-químicas e união química que geram maior resistência de união ao longo do tempo. A cadeia longa composta por dez carbonos permite o equilíbrio necessário em relação à polaridade da molécula, compensando a hidrofília do radical fosfórico. (Van Landuyt et al. ¹⁹ 2008). Cada camada dessa estrutura (nanocamada) consiste em duas moléculas de 10-MDP com seus grupos metacrilato direcionados um para o outro e seus grupos funcionais de fosfato de hidrogênio voltados um para o outro (Fukeygawa et al. ⁴¹ 2006), quanto maior a formação de monômero-cálcio maior é a resistência de adesão e durabilidade, em comparação com os adesivos que atingem menor formação de monômero-cálcio. (Wang et al. ⁹ 2017)

A aplicação do adesivo PU tanto esmalte quanto em dentina sem o condicionamento ácido apresentou menores resultados de resistência de união. Um dos motivos está relacionado ao monômero funcional do adesivo PU ainda pouco

estudado. Este monômero tem um potencial de ligação química à estrutura do dente, formando interações de múltiplos pontos com cálcio. No entanto um recente estudo comparou adesivos autocondicionantes de uma etapa com diferentes tipos de solventes: acetona e etanol, álcool isopropílico e etanol, os resultados de sorção e solubilidade foram maiores quando o solvente de escolha foi o álcool isopropílico semelhante aos resultados do nosso estudo. Qualquer resíduo do solvente após a secagem ao ar pode produzir alterações no adesivo polimerizado, substituído posteriormente por água. A pressão de vapor (a 25 ° C) é de 44 mm Hg para o álcool isopropílico, 200 mm Hg para acetona e 54,1 mm Hg para etanol, pela baixa pressão de vapor do álcool isopropílico, é preciso mais tempo para sua evaporação comparada ao etanol, presente nos outros dois adesivos, retardando a polimerização do mesmo. Portanto, no caso de PU o solvente pode não ter sido completamente removido com o jato de ar, incitando a formação de poros na nanocamada de adesivo polimerizado causado pela presença de solvente residual, permitindo o aumento dos resultados de nanoinfiltração e até mesmo de resistência de união por enfraquecer a camada híbrida, ocasionando um maior risco de deteriorização (Turkistani et al. ¹⁵ 2018) (Carvalho et al. ⁴² 2019).

Em relação ao modo de aplicação uma recente revisão sistemática realizada para determinar o melhor protocolo de aplicação: convencional e autocondicionante na adesão à dentina e esmalte por adesivos universais, não observou diferença estatisticamente significativa entre as estratégias em relação à resistência de união à dentina, resultados semelhantes ao dos adesivos testados contendo o monômero 10-MDP (Rosa et al. ⁴ 2015). No entanto, outro estudo demonstra aumento de resistência de união quando aplicado o adesivo no modo convencional em apenas alguns dos adesivos universais testados (Walter et al. ¹⁷ 2012), concluindo, portanto que o modo de aplicação não é o único fator que influencia os resultados de resistência de união. Outra revisão sistemática demonstra a resistência de união foi maior com o modo de aplicação convencional, sendo mais indicado utilizar o condicionamento seletivo por produzir macro e microporosidades na superfície do esmalte resultante da dissolução da hidroxiapatita aumentando a área superficial do substrato (Cuevas-Suarez et al. ⁴³ 2019), divergindo dos resultados dos adesivos universais contendo monômero 10-MDP do presente estudo.

A aplicação de adesivos autocondicionantes no esmalte está associada a algumas preocupações, como o padrão de ataque superficial do esmalte e a redução

da retenção micromecânica ao longo do tempo (Pouyanfar et al. ²⁷ 2018), o que vai de encontro com o resultado do adesivo PU quando aplicado no modo autocondicionante. No entanto, um ensaio clínico de 18 meses que avaliou um adesivo universal com aplicação convencional e autocondicionante revelou que a resistência de união do Scotchbond Universal não depende de estratégia de ligação (Turkun ⁴⁴ 2005), no presente estudo tanto o adesivo SU quanto AU não apresentaram diferença entre o modo de aplicação, semelhante aos resultados obtidos com os adesivos que possuem 10-MDP no presente estudo.

Em relação aos valores mais altos nos resultados de nanoinfiltração independente do modo de aplicação para o adesivo AU, nos leva a crer assim como outros estudos (Wagner et al. ²⁹ 2014); (Takamizawa et al. ³⁰ 2016) que os resultados de nanoinfiltração não apresentam correlação com os resultados de resistência de união. Outros estudos mostram que mesmo após 6 meses com aumento de nanoinfiltração a resistência de união não foi alterada (Munoz et al. ²⁰ 2015). Além dos bons resultados de resistência de união e sorção e solubilidade, o adesivo Scotchbond Universal obteve os melhores resultados de nanoinfiltração independente do modo de condicionamento, isso pode ser atribuído a sua composição química. Além de conter em sua composição o 10-MDP, possui o copolímero de ácido polialcenóico (CAP) modificado com metacrilato (Munoz et al. ²⁰ 2015; Manhart et al. ⁴⁵ 2004), o qual apresenta características semelhantes de adesão química à hidroxiapatita (Sezinando et al. ⁴⁶ 2016), aumentando assim a resistência de união.

Estudos apresentam que a adesão de um adesivo com CAP é maior do que um adesivo sem CAP com a mesma composição (Perdigao et al. ³⁹ 2014). A cadeia longa hidrofóbica do 10-MDP mantendo a presença de água distante, juntamente com a nanocamada estável de 10-MDP-Ca, pode proteger efetivamente a interface adesiva juntamente com o ácido polialquenóico que se liga química e espontaneamente à HAp. A diferença básica entre o ácido polialquenóico e 10-MDP é que o 10-MDP contém monômeros individuais que após a polimerização se tornam um polímero ligado à HAp, enquanto o ácido polialquenóico é um polímero com vários grupos funcionais carboxílicos anexado ao esqueleto do polímero e pode se ligar ao Ca em locais mais remotos (Mannhart et al. ⁴⁵ 2004).

O modo de aplicação, tipo e quantidade de solvente e pH, a composição e porcentagem de monômeros, quantidade de carga, porcentagem de carga de massa, diferentes diluentes, a presença e quantidade dos monômeros hidrofílicos e

hidrofóbicos, a viscosidade do adesivo, a taxa de terminação intermolecular, comprimento da cadeia primária, entre outros constituintes dos diversos adesivos podem afetar os resultados de resistência de união (Pouyanfar et al. ²⁷ 2018; Sezinando et al. ⁴⁶ 2016). A presença e quantidade de HEMA, um monômero hidrofílico, afeta diretamente a absorção de água, aumentando sua sorção proporcionalmente pela sua quantidade (Nishitani et al. ⁴⁷ 2007). Além da água adicionada no adesivo para desencadear a ionização do respectivo monômero no modo autocondicionante, todos os adesivos utilizados neste estudo contêm um solvente orgânico. Os solventes agem como portadores dos monômeros nos espaços interfibrilares de colágeno e como diluentes para diminuir a viscosidade da resina. A volatilização do solvente facilita a reação de polimerização reduzindo a distância entre monômeros, aumentando o grau de conversão, consequentemente a resistência de união (Chen e Suh ⁴⁸ 2013).

O processo funcionamento das interfaces adesivas envolve uma sequência de eventos, que ainda não podem ser completamente compreendidos, diferentes estruturas, consequentemente diferentes concentrações de monômeros funcionais produzem interfaces adesivas com substâncias químicas e morfológicas particulares tendo um impacto direto na eficácia da adesão (Wang et al. ⁹ 2017).

7 CONCLUSÃO

De acordo com os resultados obtidos neste estudo pode se concluir:

- 1- Através dos resultados observamos que o monômero funcional 10-MDP não obteve interferência dos resultados independente do substrato dentário ou modo de aplicação nos valores de resistência de união, apenas o adesivo PU com monômero 3D-SR apresentou diminuição na resistência de união quando aplicado de modo autocondicionante.
- 2- Os menores valores de nitrato foram observados no sistema SU independente do modo de aplicação, demonstrando que além do monômero 10- MDP, outros componentes como no caso o ácido polialquenóico interferem no potencial de adesão do adesivo.
- 3- Os resultados de sorção e solubilidade demonstraram que o adesivo PU que contem o monômero 3D-SR pelas características de sua composição incluindo o álcool isopropílico obteve os maiores resultados.

REFERÊNCIAS

1. Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlal R, Steier L. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. **The journal of evidence-based dental practice**. 2016; Jun;16(2):96-106.
2. 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; May-Jun;28(3):215-35.
3. 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.
4. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. **Journal of dentistry**. 2015; Jul;43(7):765-76.
5. Kalavacharla VK, Lawson NC, Ramp LC, Burgess JO. Influence of Etching Protocol and Silane Treatment with a Universal Adhesive on Lithium Disilicate Bond Strength. **Operative dentistry**. 2015; Jul-Aug;40(4):372-8.
6. Perdigao J, Kose C, Mena-Serrano AP, De Paula EA, Tay LY, Reis A, et al. A new universal simplified adhesive: 18-month clinical evaluation. **Operative dentistry**. 2014; Mar-Apr;39(2):113-27.
7. 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? **Journal of dentistry**. 2015; May;43(5):525-36.
8. 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. **Journal of dentistry**. 2014; May;42(5):595-602.
9. Wang R, Shi Y, Li T, Pan Y, Cui Y, Xia W. Adhesive interfacial characteristics and the related bonding performance of four self-etching adhesives with different functional monomers applied to dentin. **Journal of dentistry**. 2017; Jul;62:72-80.
10. Loguercio AD, Munoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A, Perdigao J. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? **J Dent**. 2015; Sep;43(9):1060-70.
11. Bahrololumi N, Beglou A, Najafi-Abrandabadi A, Sadr A, Sheikh-Al-Eslamian SM, Ghasemi A. Effect of water storage on ultimate tensile strength and mass changes of universal adhesives. **Journal of clinical and experimental dentistry**. 2017; Jan;9(1):e78-e83.
12. Manfroí FB, Marcondes ML, Somacal DC, Borges GA, Junior LH, Spohr AM. Bond

Strength of a Novel One Bottle Multi-mode Adhesive to Human Dentin After Six Months of Storage. **The open dentistry journal**. 2016;10:268-77.

13.Vermelho PM, Reis AF, Ambrosano GMB, Giannini M. Adhesion of multimode adhesives to enamel and dentin after one year of water storage. **Clinical oral investigations**. 2017; Jun;21(5):1707-15.

14.Nishiyama N, Suzuki K, Takahashi K, Nemoto K. The pKa effects of the carboxylic acid in N-methacryloyl-omega-amino acid on the demineralization and bond strengths to the teeth. **Biomaterials**. 2004; Oct;25(23):5441-7.

15.Turkistani A, Almutairi M, Banakhar N, Rubehan R, Mugharbil S, Jamleh A, et al. Optical Evaluation of Enamel Microleakage with One-Step Self-Etch Adhesives. **Photomedicine and laser surgery**. 2018; Nov;36(11):589-94.

16.Reis A, Wambier L, Malaquias T, Wambier DS, Loguercio AD. Effects of warm air drying on water sorption, solubility, and adhesive strength of simplified etch-and- rinse adhesives. **The journal of adhesive dentistry**. 2013; Feb;15(1):41-6.

17.Walter R, Swift EJ, Jr., Nagaoka H, Chung Y, Bartholomew W, Braswell KM, et al. Two-year bond strengths of "all-in-one" adhesives to dentine. **Journal of dentistry**. 2012; Jul;40(7):549-55.

18.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; May;90(5):607-12.

19.Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, et al. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. **Journal of dental research**. 2008; Aug;87(8):757-61.

20.Munoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. **Oper Dent**. 2015; May-Jun;40(3):282-92.

21.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).

22.Papadogiannis D, Dimitriadi M, Zafiropoulou M, Gaintantzopoulou MD, Eliades G. Universal Adhesives: Setting Characteristics and Reactivity with Dentin. **Materials**. 2019; May 27;12(10).

23.Kaczor-Wiankowska K, Lipa S, Krasowski M, Sokolowski J, Lewusz- Butkiewicz K, Nowicka A. Evaluation of gap formation at the composite resin-tooth interface after using universal adhesives: In vitro SEM study using the replica technique. **Microscopy research and technique**. 2020; Feb;83(2):176-85.

24.Luque-Martinez IV, Perdigao J, Munoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. **Dental materials : official publication of the Academy of**

Dental Materials. 2014; Oct;30(10):1126-35.

25.de Goes MF, Shinohara MS, Freitas MS. 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; Jun;16(3):243-50.

26.Suzuki T, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Endo H, Erickson RL, et al. Influence of Etching Mode on Enamel Bond Durability of Universal Adhesive Systems. **Operative dentistry.** 2016; Sep-Oct;41(5):520-30.

27.Pouyanfar H, Tabaii ES, Aghazadeh S, Nobari S, Imani MM. Microtensile Bond Strength of Composite to Enamel Using Universal Adhesive with/without Acid Etching Compared To Etch and Rinse and Self-Etch Bonding Agents. **Open access Macedonian journal of medical sciences.** 2018; Nov 25;6(11):2186-92.

28.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. **Journal of dentistry.** 2012; Jun;40(6):475-84.

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

30.Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Berry TP, Watanabe H, Erickson RL, et al. Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. **Dent Mater.** 2016; Feb;32(2):e9-21.

31.Moritake N, Takamizawa T, Ishii R, Tsujimoto A, Barkmeier WW, Latta MA, et al. Effect of Active Application on Bond Durability of Universal Adhesives. **Operative dentistry.** 2018; Aug 14.

32.Daneshkazemi P, Ghasemi A, Daneshkazemi A, Shafiee F. Evaluation of micro shear bonding strength of two universal dentin bondings to superficial dentin by self etch and etch-and-rinse strategies. **Journal of clinical and experimental dentistry.** 2018; Sep;10(9):e837-e43.

33.Elkaffas AA, Hamama HHH, Mahmoud SH. Do universal adhesives promote bonding to dentin? A systematic review and meta-analysis. **Restorative dentistry & endodontics.** 2018; Aug;43(3):e29.

34.Itoh S, Nakajima M, Hosaka K, Okuma M, Takahashi M, Shinoda Y, et al. Dentin bond durability and water sorption/solubility of one-step self-etch adhesives. **Dental materials journal.** 2010; Oct;29(5):623-30.

35.Hosaka K, Nakajima M, Takahashi M, Itoh S, Ikeda M, Tagami J, et al. Relationship between mechanical properties of one-step self-etch adhesives and water sorption. **Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials.** 2010; Apr;26(4):360-7.

36.Emamieh S, Sadr A, Ghasemi A, Torabzadeh H, Akhavanzanjani V, Tagami J. Effects of solvent drying time and water storage on ultimate tensile strength of

adhesives. **Journal of investigative and clinical dentistry**. 2014; Feb;5(1):51-7.

37.Gutierrez MF, Malaquias P, Matos TP, Szesz A, Souza S, Bermudez J, et al. Mechanical and microbiological properties and drug release modeling of an etch-and-rinse adhesive containing copper nanoparticles. **Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials**. 2017; Mar;33(3):309-20.

38.Reis A, Leite TM, Matte K, Michels R, Amaral RC, Geraldeli S, et al. Improving clinical retention of one-step self-etching adhesive systems with an additional hydrophobic adhesive layer. **J Am Dent Assoc**. 2009; Jul;140(7):877-85.

39.Perdigao J, Munoz 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.

40.Anchietà RB, Machado LS, Martini AP, Santos PH, Giannini M, Janal M, et al. Effect of long-term storage on nanomechanical and morphological properties of dentin-adhesive interfaces. **Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials**. 2015; Feb;31(2):141-53.

41.Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. **Journal of dental research**. 2006; Oct;85(10):941-4.

42.Carvalho CN, Lanza MDS, Dourado LG, Carvalho EM, Bauer J. Impact of Solvent Evaporation and Curing Protocol on Degree of Conversion of Etch-and-Rinse and Multimode Adhesives Systems. **International journal of dentistry**. 2019;2019:5496784.

43.Cuevas-Suarez CE, da Rosa WLO, Lund RG, da Silva AF, Piva E. Bonding Performance of Universal Adhesives: An Updated Systematic Review and Meta-Analysis. **The journal of adhesive dentistry**. 2019;21(1):7-26.

44.Turkun LS. The clinical performance of one- and two-step self-etching adhesive systems at one year. **Journal of the American Dental Association**. 2005; May;136(5):656-64; quiz 83.

45.Manhart J, Chen H, Hamm G, Hickel R. Buonocore Memorial Lecture. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. **Operative dentistry**. 2004; Sep-Oct;29(5):481-508.

46.Sezinando A, Serrano ML, Perez VM, Munoz RA, Ceballos L, Perdigao J. Chemical Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Hydroxyapatite. **J Adhes Dent**. 2016;18(3):257-65.

47.Nishitani Y, Yoshiyama M, Hosaka K, Tagami J, Donnelly A, Carrilho M, et al. Use of Hoy's solubility parameters to predict water sorption/solubility of experimental primers and adhesives. **European journal of oral sciences**. 2007; Feb;115(1):81-6.

48.Chen L, Suh BI. Effect of hydrophilicity on the compatibility between a dual- curing resin cement and one-bottle simplified adhesives. **The journal of adhesive dentistry**. 2013; Aug;15(4):325-31.

ANEXO A: Parecer da Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa

FACULDADE SANT'ANA



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Avaliação da efetividade da resistência de união, nanoinfiltração e grau de conversão ao esmalte e dentina de um adesivo autocondicionante com um novo monômero funcional.

Pesquisador: João Carlos Gomes

Área Temática:

Versão: 2

CAAE: 69293517.7.0000.5694

Instituição Proponente: Universidade Estadual de Ponta Grossa

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 2.190.692

Apresentação do Projeto:

Trata-se de um projeto de pesquisa de Doutorado, realizado por alunos da Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).

Objetivo da Pesquisa:

O presente estudo tem como objetivo avaliar a efetividade de um novo monômero funcional à força de adesão, nanoinfiltração e grau de conversão de um adesivo através de diferentes modos de condicionamento (autocondicionante e convencional).

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os pesquisadores apresentaram os riscos e benefícios.

Relataram que não haverá riscos potenciais para os pesquisadores, pois serão utilizados durante a pesquisa equipamentos de proteção individual, como: luvas, máscaras, gorro, jaleco e óculos de proteção pelos mesmos; além do uso de instrumentais clínicos e laboratoriais esterilizados. Além do fato que os dentes que serão utilizados não serão extraídos e sim oriundos do Banco de Dentes Humanos (BDH) da UEPG.

Benefícios: o novo adesivo pode melhorar a qualidade de adesão as estruturas dentais, pelo novo

Endereço: Rua Pinheiro Machado - nº 189

Bairro: CENTRO

CEP: 84.010-310

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3224-0301

E-mail: cep@iessa.edu.br

FACULDADE SANT'ANA



Continuação do Parecer: 2.190.692

monômero diferenciado.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A pesquisa a ser realizada é relevante.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

O termo de autorização institucional e a declaração de disponibilidade de dentes foram apresentados.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Todos os documentos necessários foram apresentados, bem como as adequações solicitadas.

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_902097.pdf	04/07/2017 22:36:09		Aceito
Outros	bancodentes.jpg	04/07/2017 22:28:43	João Carlos Gomes	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	ProjetoDoutoradoCarolinaEscobar.docx	04/07/2017 09:48:21	João Carlos Gomes	Aceito
Outros	autoriza.pdf	24/05/2017 22:01:52	João Carlos Gomes	Aceito
Folha de Rosto	plataforma.pdf	24/05/2017 17:44:13	João Carlos Gomes	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PONTA GROSSA, 27 de Julho de 2017

Assinado por:
Analia Maria de Fátima Costa
 (Coordenador)

Endereço: Rua Pinheiro Machado - nº 189

Bairro: CENTRO

CEP: 84.010-310

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3224-0301

E-mail: cep@iessa.edu.br