

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

MICHEL WENDLINGER CANTANHEDE FERREIRA

INFLUÊNCIA DO HEMA EM SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS CONTENDO 10-
MDP, NAS PROPRIEDADES ADESIVAS IMEDIATAS

PONTA GROSSA
2022

MICHEL WENDLINGER CANTANHEDE FERREIRA

INFLUÊNCIA DO HEMA EM SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS CONTENDO 10-
MDP, NAS PROPRIEDADES ADESIVAS IMEDIATAS

Dissertação apresentada como pré-requisito para obtenção do título de Mestre em Odontologia na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Mestrado em Odontologia – Área de Concentração Dentística Restauradora. Linha de Pesquisa: Propriedades Físico-químicas e biológicas dos materiais.

Orientadora: Prof^o. Dr^o. Alessandro Dourado Loguercio.
Coorientador: Prof^o. Dr^o. Andres Felipe Millan Cardenas

PONTA GROSSA
2022

F383 Ferreira, Michel Wendlinger Cantanhede
 Influência do hema em sistemas adesivos universais contendo 10-mdp, nas
 propriedades adesivas imediatas / Michel Wendlinger Cantanhede Ferreira.
 Ponta Grossa, 2022.

62 f.

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

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio.

Coorientador: Prof. Dr. Andres Felipe Millan Cardenas.

1. Adesivos dentinários. 2. Esmalte dental. 3. Dentina. I. Loguercio, Alessandro Dourado. II. Cardenas, Andres Felipe Millan. III. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Dentística Restauradora. IV.T.

CDD: 617.6

MICHEL WENDLINGER CANTANHEDE FERREIRA

Influência do HEMA em sistemas adesivos universais contendo 10-mdp, nas propriedades adesivas imediatas

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação Stricto sensu em odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Odontologia, área de concentração em Dentística Restauradora, linha de pesquisa em Propriedades Físico-Químicas e Biológicas dos Materiais.

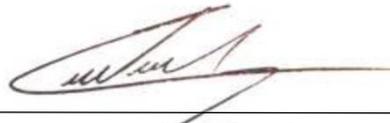
Ponta Grossa 16 de fevereiro de 2022



Prof. Dr Alessandro Dourado Loguercio
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof. Dr Rafael Ratto de Moraes
Universidade Federal de Pelotas



Prof. Dr Mario Felipe Gutiérrez Reyes
Universidad de Los Andes

Dedico aos meus pais, Ceane e Carlos, que com muito carinho e apoio, não mediram esforços para que eu chegasse até esta etapa da minha vida. Sem vocês eu nada seria!

AGRADECIMENTOS

A Deus por ter concedido saúde e força para que eu fosse possível superar todas as dificuldades.

A Universidade Estadual de Ponta Grossa, seu corpo docente, direção e administração que oportunizaram a janela na qual hoje vislumbro um horizonte superior.

Agradeço a minha avó Maria Joana, que me deu apoio, incentivo nas horas difíceis de desânimo e cansaço.

Aos meus pais Ceane e Carlos, e minha irmã Susan, pelo amor, incentivo e apoio incondicional e, que no momento da minha ausência dedicada ao estudo, sempre fizeram entender que o futuro é feito a partir da constante dedicação no presente.

Ao meu orientador, Prof. Alessandro Dourado Loguercio, por creditar a mim a confiança do desenvolvimento de muitos estudos mesmo diante de um cenário de pandemia, e por todo o suporte desde que cheguei a Ponta Grossa. Você é um exemplo a ser seguido por todos que almejam uma carreira na pesquisa, muito obrigado por compartilhar comigo um pouco de todo seu conhecimento.

Meu muito obrigado ao meu coorientador Prof. Andres Felipe Millan Cardenas, e a Prof. Fabiana Siqueira que abriram as portas da pesquisa para mim. Obrigado por sempre me motivarem a buscar o meu melhor. Sou muito grato pela amizade e parceria.

Meus agradecimentos a todos os meus amigos, em especial Laís, Alejandra, Romina, Elisama e Michael que dividiram comigo todo esse caminho até o presente momento.

E meu muito obrigado a minha querida amiga e companheira de mestrado Taynara, que foi me refúgio nos momentos difíceis, sempre me apoiando e ajudando em tudo que estava ao seu alcance, você foi essencial em toda essa jornada!! Agradeço muito a Deus por sua vida.

Agradeço ao C-LAB MU e a todos os funcionários, em especial Virginia, Silvio, Vanessa e Cristiane que me ajudaram e me ensinaram muito sobre os equipamentos e testes realizados nessa pesquisa.

A todos que direta ou indiretamente fizeram parte da minha formação, o meu muito obrigado.

“As nuvens mudam sempre de posição, mas são sempre nuvens no céu. Assim devemos ser todo dia, mutantes, porém leais com o que pensamos e sonhamos; lembre-se, tudo se desmancha no ar, menos os pensamentos”.

(Paulo Beleki)

DADOS CURRICULARES

MICHEL WENDLINGER CANTANHEDE FERREIRA

NASCIMENTO 30.07.1994	São Luís, Maranhão – Brasil.
FILIAÇÃO	Francisco Carlos de Amorim da Silva Ferreira Ceane Cantanhede Ferreira
2014 – 2019	Curso de Graduação em Odontologia. Universidade Ceuma (CEUMA). São Luís - MA, Brasil.
2020 – Em andamento	Curso de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração em Dentística Restauradora. Nível Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Ponta Grossa – PR, Brasil.
2020 – Em andamento	Curso de Especialização em Dentística Restauradora. Associação Brasileira de Odontologia (ABO). Ponta Grossa, PR – Brasil.

RESUMO

Wendlinger, M. **Influência do HEMA em sistemas adesivos universais contendo 10-MDP nas propriedades adesivas imediatas.** Orientador: Alessandro Dourado Loguercio. Ponta Grossa, 2022. Dissertação (Mestrado em Odontologia – Área de Concentração - Dentística Restauradora) – Curso de Odontologia, Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2022.

Este estudo avaliou o efeito da presença de HEMA em sistemas adesivos universais contendo 10-MDP, nas propriedades adesivas imediatas ao esmalte e dentina. Material e métodos: Cento e vinte terceiros molares hígidos foram divididos e testados para dentina ($n = 72$) e para esmalte ($n = 48$). Para cada substrato, os dentes foram divididos em 8 grupos experimentais de acordo com os seguintes fatores: Adesivos: 1) Scotchbond Universal (SBU, 3M Oral Care, USA); 2) Gluma Bond Universal (GBU, Kulzer, Alemanha); 3) Solare Universal Bond (SUB, GC, América); 4) Zipbond (ZIP, SDI, Australia) e estratégia adesiva: condicionamento e lavagem (CL) e autocondicionante (AC). Para os testes de dentina, o terço oclusal da coroa de todos os dentes foi removido e o protocolo adesivo foi aplicado. Após completar a restauração, os espécimes foram seccionados em palitos da interface adesiva ($0,8 \text{ mm}^2$) e testados por resistência de união por microtração (μTBS), grau de conversão *in situ* (GC) e nanoinfiltração (NI). Para os testes de esmalte, os dentes foram seccionados em quatro partes (vestibular, lingual, mesial e distal) e aplicado protocolo adesivo. Após restauração, os espécimes foram testados por resistência de união por microcisalhamento (μSBS). Para avaliação do GC e NI em esmalte, os corpos-de-prova restaurados e seccionados em fatias para realização das análises. Os dados de cada substrato foram submetidos à análise de variância de 2 fatores e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$) para cada propriedade avaliada. Resultados: Os adesivos SBU e ZIP apresentaram maiores μTBS , μSBS , GC e menores valores de NI quando comparados ao GBU e SUB para ambas as estratégias e substratos ($p = 0,001$). A estratégia CL apresentou maiores valores de μTBS e μSBS quando comparada à estratégia AC ($p = 0,001$), com exceção do SBU. Conclusão: o efeito da presença ou não de HEMA em sistemas adesivos universais comerciais 10-MDP nas propriedades adesivas de esmalte e dentina parece ser dependente do material.

Palavras-chave: Adesivos dentinários; Esmalte dental; Dentina.

ABSTRACT

Wendlinger, M. **Effect of the presence of HEMA in universal adhesives systems with 10-MDP on the bonding properties.** Orientador: Alessandro Dourado Loguercio. Ponta Grossa, 2022. (Dissertation – Master of Science in Dentistry – Concentration Area: Restorative dentistry) – School of Dentistry, State University of Ponta Grossa, Ponta Grossa, 2022.

Purpose: to evaluate the effect of the presence of HEMA in universal adhesives systems with 10-MDP on the immediate adhesive properties to enamel and dentin. *Material and methods:* One hundred and twelve caries-free third molars were divided to be tested for dentin (n=72) and for enamel (n=48) tests. For each substrate, teeth were divided into 8 experimental groups according to the following: *Adhesives:* 1) Scotchbond Universal (SBU, 3M Oral Care, USA); 2) Gluma Bond Universal (GBU, Kulzer, Germany); 3) Solare Universal Bond (SUB, GC, America); 4) Zipbond Universal (ZIP, SDI, Australia) and *Adhesive Strategy:* Etch-and-rinse (ER) and Self-etch (SE) mode. For dentin tests, the occlusal third of the crown of all teeth was removed, and the adhesive protocol was applied. After completing restoration, specimens were sectioned into bonded sticks (0.8 mm²) and tested by microtensile bond strength (μ TBS), *in situ* degree of conversion (DC) and nanoleakage (NL) by scanning electron microscopy. For enamel tests, teeth were sectioned in four parts (buccal, lingual, mesial and distal) and adhesive protocol was applied. After completing restoration, specimens were tested by microshear bond strength (μ SBS). For *in situ* degree of conversion (DC) and nanoleakage (NL) evaluation to enamel, the specimens were sectioned in slices previously to be evaluated. Data of each substrate were subjected to two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$) for each property evaluated. *Results:* The adhesives SBU and ZIP showed the highest μ TBS, μ SBS, DC and lower values of NL when compared to GBU and SUB for both strategies (p=0.001). ER strategy presented higher values of μ TBS and μ SBS when compared to SE strategy (p=0.001), with exception for SBU. *Conclusion:* The effect of the presence or not of HEMA in commercial universal adhesives systems containing 10-MDP on enamel and dentin adhesive properties appears to be material dependent.

Keywords: Dentin-Bonding Agents; Enamel; Dentin

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

- Figura 1 – Preparo dos dentes. A: Molares hígidos; B: Eliminação do esmalte coronal em recortador de gesso com irrigação constante; C: Aspecto após remoção de esmalte oclusal; D: Eliminação do esmalte periférico com ponta diamantada em alta rotação; E: Padronização da *smear layer* com lixa de carbeto de silício com granulação #600 por 60 s; F: Aspecto final..... 27
- Figura 2 – Preparo dos dentes. A: planificação das faces V, M, D e L com lixa de carbeto de silício com granulação #600; B: Seccionamento da raiz; C: Seccionamento das coroas dentais em 2 diagonais ao longo eixo do dente; D: Cano de PVC para embutimento dos espécimes; E: Espécimes montados e fixados com resina acrílica vermelha; F: Aspecto final..... 29
- Figura 3 – Processo restaurador. A: Resina composta utilizada; B: Restauração por incrementos; C: Fotoativação de cada incremento por 20 s; D: Aspecto final do dente restaurado 32
- Figura 4 – Preparo dos palitos de dentina para os testes de adesão. A: Fixação do dente restaurado no dispositivo para ser adaptado na máquina de corte; B: Dispositivo adaptado na máquina de corte com o dente restaurado a ser cortado em contato com o disco de corte; C: Cortes nos sentidos “x” e “y”; D: palitos de dentina para os testes de adesão..... 33
- Figura 5 – Teste de resistência de união por microtração: A: mensuração da área de secção transversal com paquímetro digital; B: Garra para microtração; C: Fixação de um palito na garra para microtração; D: Garra para microtração adaptada na máquina de ensaios universal..... 34
- Figura 6 – Microcissalhamento: A; Tubos de polietileno; B: Fixação dos tubos de polietileno na superfície demarcada em esmalte por uma fita dupla face; C: Corpos de prova após restauração e remoção dos tubos de polietileno; D: Espécimes adaptados a máquina de ensaio universal..... 36
- Figura 7 – Preparo dos palitos para nanoinfiltração: A: Palitos revelados; B: Fixação dos palitos em *stub* de alumínio; C: Série de lixas para polimento; D: Metalização da amostra; E: Amostra metalizada; F: Microscópio eletrônico de varredura 38
- Figura 8 – Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (1200X) para cada condição experimental. A deposição de nitrato de prata ocorreu praticamente na base da camada híbrida e está sendo indicada pelas setas 43

Figura 9 - Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (1200X) para cada condição experimental. A deposição de nitrato de prata ocorreu praticamente na camada adesiva como está sendo indicada pelas setas 48

LISTA DE TABELAS

Tabela 1	– Sistemas adesivos, composição e modo de aplicação	31
Tabela 2	Número de espécimes (%) de acordo com o modo de fratura para todos os grupos experimentais dos espécimes de dentina	41
Tabela 3	– Médias e desvios padrões dos valores de RU (MPa), grau de conversão (%) e nanoinfiltração (%) em dentina para todos os grupos experimentais.....	42
Tabela 4	– Número de espécimes (%) de acordo com o modo de fratura para todos os grupos experimentais dos espécimes de esmalte.....	46
Tabela 5	– Médias e desvios padrões dos valores de RU (MPa) e grau de conversão (%) em esmalte para todos os grupos experimentais.....	47

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μm	Micrometro
1A	1 ano
AU	Adesivo Universal
AC	Autocondicionante
A/M	Adesiva/mista
Bis-GMA	Bisfenolglicidil metacrilato
C	Convencional
Ca^+	Íons Cálcio
GC	Grau de conversão
cm	Centímetro
cm^2	Centímetro quadrado
COEP	Comissão de Ética em Pesquisa
cp	Corpo(s)-de-prova
D	Dentina
DC	Degree of conversion
ER	Etch-and-rinse
GBU	Gluma Universal Bond
GO	Go!
h	Horas
HEMA	2-Hidroxietil metacrilato
I reat	Integral do pico reativo
I ref	Integral do pico de referência
IM	Imediato
Kv	Quilovolt

L	Litro
LEDs	Diodos emissores de luz
MDP	Metacrilóiloxidecildihidrogenfosfato
MEV	Microscopia eletrônica de varredura
MSDS	Material Safety Data Sheet
min	Minuto
mm	Milímetro
mm ²	Milímetro quadrado
mmHg	Milímetro de mercúrio
MPa	Mega Pascal
MMPs	Metaloproteinases dentinárias
mW/cm ²	MiliWatts por centímetro quadrado
NI	Nanoinfiltração em nitrato de prata
NL	Nanoleakage
nm	Nanômetro
Nº	Número
np	Não polimerizado
p	Polimerizado
PD	Perdido prematuramente
pH	Potencial Hidrogeniônico
rpm	Rotações por minuto
RC	Resina Composta
RU	Resistência de união
SBU	Single Bond Universal
SE	Self-etch
SUB	Solare Universal bond

s	Segundos
TEGDMA	Trietilenoglicol metacrilato
UEPG	Universidade Estadual de Ponta Grossa
ZIP	Zipbond Universal

LISTA DE SÍMBOLOS

#	- Número
%	- Porcentagem
=	- Igual
>	- Maior
±	- Mais ou menos
≈	- Aproximadamente
°C	- Grau Celsius
C=C	- Duplas ligações carbônicas
X	- Número de vezes
α	- Alfa (valor de significância)

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	16
2	REVISÃO DE LITERATURA	18
2.1	ADESÃO: SURGIMENTO DE UMA NOVA FASE PARA DENTÍSTICA RESTAURADORA	18
2.2	SISTEMAS ADESIVOS: EVOLUÇÃO E DESAFIOS	19
3	PROPOSIÇÃO	25
3.1	PROPOSIÇÃO GERAL	25
3.2	PROPOSIÇÕES ESPECÍFICAS	25
4	MATERIAL E MÉTODOS	26
4.1	APROVAÇÃO ÉTICA E PROTOCOLO DE REGISTRO	26
4.2	SELEÇÃO DOS DENTES	26
4.3	DESENHO EXPERIMENTAL	26
4.4	PREPARO DAS SUPERFÍCIES DE DENTINA	26
4.5	PREPARO DAS SUPERFÍCIES DE ESMALTE	28
4.6	PROTOCOLO ADESIVO	30
4.7	PROCEDIMENTO RESTAURADOR E RESISTÊNCIA DE UNIÃO DENTINA	33
4.8	PROCEDIMENTO RESTAURADOR E RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM ESMALTE	36
4.9	ANÁLISE DA NANOINFILTRAÇÃO	38
4.10	ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO	40
4.11	ANÁLISE ESTATÍSTICA	41
5	RESULTADOS	42
5.1	AVALIAÇÃO DA INTERFACE RESINA-DENTINA	42
5.2	AVALIAÇÃO DA INTERFACE RESINA-ESMALTE	46
6	DISCUSSÃO	48
7	CONCLUSÃO	52
	REFERÊNCIAS	53
	ANEXO A - APROVAÇÃO DO PROJETO PELA COMISSÃO DE ÉTICA E PESQUISA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA	56

1 INTRODUÇÃO

A busca pela simplificação de protocolos que resultem em boas propriedades adesivas e que diminuam a sensibilidade da técnica por parte do operador, tem sido alvo de constantes pesquisas na área de materiais odontológicos (Van Meerbeek et al. ¹ 2011). Com isso, o surgimento dos sistemas adesivos universais no ano de 2011 (Van Meerbeek et al. ² 2020), trouxe uma nova perspectiva, devido a incorporação de monômeros funcionais que promovem uma adesão química, permitindo assim sua aplicação em procedimentos diretos e indiretos e sob diferentes substratos (Nagarkar et al. ³ 2019).

Contudo, houve dessa forma, a mistura de vários componentes com características únicas e essenciais para obtenção de uma boa adesão ao substrato, em um mesmo frasco (Van Landuyt et al. ⁴ 2007). Dentre esses componentes, destaca-se o monômero hidrofóbico 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP), hoje o mais utilizado na formulação de adesivos universais. O 10-MDP se liga ionicamente de forma mais efetiva com a hidroxiapatita (HAp) presente no esmalte e na dentina, a partir da formação e união de nanocamadas de 10-MDP Ca, que possibilita uma adesão química a superfície dentária (Yoshida et al. ⁵ 2004), além de ajudar a proteger a camada híbrida contra hidrólise (Van Landuyt et al. ⁴ 2007). Contudo, recentes evidências mostram que outros componentes, também presentes nos sistemas adesivos universais, neste caso específico o 2-hidroxoetil-metacrilato (HEMA), podem interferir na capacidade do 10-MDP em interagir com a dentina (Fujita Nakajima et al. ⁶ 2018; Yoshida et al. ⁷ 2012).

O HEMA é um monômero hidrofílico, de baixo peso molecular, capaz de se infiltrar e melhorar o molhamento dos adesivos universais nos substratos dentinários, tornando-o um ótimo promotor da adesão uma vez que aumenta a difusão dos componentes dentro da malha de colágeno desmineralizada, facilitando a formação da camada híbrida (Van Landuyt et al. ⁴ 2007). Além disso, tem uma função de minimizar a separação de fases e aumentar a miscibilidade dos componentes (Van Landuyt et al. ⁸ 2005).

Entretanto, é conhecido que a presença de HEMA promove a formação de um gel aquoso e instável que seria suscetível à degradação hidrolítica (Breschi et al. ⁹ 2008; Van Landuyt et al. ¹⁰ 2008). Devido a isto, vários fabricantes passaram a

desenvolver adesivos sem HEMA ou com concentrações baixas de HEMA (Bacelar-Sá et al. ¹¹ 2017). Apesar de adesivos sem HEMA apresentarem melhores propriedades mecânicas, diminuindo a sorção e solubilidade em água, uma recente revisão sistemática de estudos clínicos não encontrou diferença entre adesivos com e sem HEMA (da Silva et al. ¹² 2018).

De fato, quando se pensa em adesivos universais, um recente estudo relatou que a presença do HEMA em sistemas adesivos universais interage com a dentina, afetando negativamente a capacidade de adesão do monômero 10-MDP (Fujita Nakajima et al. ⁶ 2018). Isto reduz significativamente a desmineralização da HAp diminuindo a formação de sais de MDP-Ca e inibindo parcialmente a deposição da nanocamadas necessárias para a obtenção de uma adequada interação química com o substrato dentinário (Yoshida et al. ⁷ 2012). Entretanto, nos dois estudos mencionados, grande parte dos adesivos testados eram experimentais, possuindo diferentes porcentagens de HEMA, aplicados sobre um pó de HAp (Fujita Nakajima et al. ⁶ 2018; Yoshida et al. ⁷ 2012).

Dessa forma, se essa interação entre os dois monômeros gera algum efeito negativo quanto a união imediata e a longo prazo em esmalte e dentina, bem como na adesão química de sistemas adesivos universais comerciais aos substratos duros do dente, ainda não foi totalmente esclarecida. Em contrapartida, (Loguercio et al. ¹³ 2015) avaliou a resistência de união de adesivos universais comerciais ao esmalte, e o resultado mostrou que, adesivos universais sem HEMA e sem MDP tiveram os piores resultados quando comparados a adesivos com HEMA e com MDP, mostrando que esta interação entre os dois componentes pode não ser tão deletéria quando avaliado em esmalte.

Sendo assim, o objetivo desse estudo foi avaliar "*in vitro*" o efeito da presença do HEMA em sistemas adesivos universais contendo 10-MDP nas propriedades adesivas imediatas quando aplicados em dentina e esmalte. As hipóteses nulas testadas foram de que a presença ou não de HEMA em adesivos universais contendo 10-MDP não influenciaria: (1) a resistência de união; 2) o grau de conversão e 3) a captação de nitrato de prata na camada híbrida formada por adesivos universais quando aplicados em dentina e esmalte.

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 ADESÃO: O SURGIMENTO DE UMA NOVA FASE PARA ODONTOLOGIA RESTAURADORA

Por muito tempo a odontologia baseou-se apenas em procedimentos curativos, que visavam a remoção de uma grande parte da estrutura dentária sadia, visando uma extensão preventiva e a garantia de uma boa retenção para os materiais restauradores disponíveis na época (Reis e Loguercio ¹⁴ 2007).

Porém, com o início da odontologia adesiva impulsionada por Buonocore em meados de 1955 (Buonocore ¹⁵ 1955), uma nova perspectiva se estabelece dentro da odontologia restauradora, onde abordagens cada vez mais conservadoras, e uma reprodução da função e estética dos tecidos dentais se tornaram uma realidade (Mm et al. ¹⁶ 2014).

Dessa forma, com o surgimento dos sistemas adesivos, a adesão passou a ser definida como uma força que mantém juntas duas substâncias ou substratos que possuem diferentes composições (Reis e Loguercio ¹⁴ 2007), onde, a união entre tais substratos ocorre principalmente através da interação micromecânica do agente de união com os tecidos dentais em questão, seja ele o esmalte condicionado ou com as fibras colágenas expostas na dentina (Anusavice ¹⁷ 2013), e a obtenção de uma adesão estável entre os compostos resinosos e o substrato dentário se tornou um dos fatores mais importantes para o sucesso clínico das restaurações adesivas.

Entretanto, apesar das grandes vantagens que a técnica adesiva proporciona, ainda é tida como um desafio no dia a dia clínico, seja pela necessidade do seguimento criterioso dos passos de aplicação, ou por características desafiadoras encontradas no substrato, principalmente na dentina (Perdigão ¹⁸ 2007), uma vez que a qualidade da adesão está diretamente relacionada à eficiência da penetração dos monômeros resinosos nos espaços interfibrilares, e ao completo recobrimento das fibras colágenas pelo adesivo.

De fato, muitas pesquisas ainda são voltadas para o assunto (Van Meerbeek et al. ² 2020), uma vez que o mercado de sistema adesivos tem se tornado cada vez mais competitivo, com o desenvolvimento recorrente de novos sistemas a fim de tornar a adesão cada vez mais efetiva e duradoura.

2.2 SISTEMAS ADESIVOS: EVOLUÇÃO E DESAFIOS

A adesão aos substratos dentários é determinada a partir da remoção de parte do componente inorgânico, seguida da penetração de monômeros resinosos nas porosidades obtidas pela ação de ácidos, criando assim uma adesão micromecânica ao substrato (Van Meerbeek et al. ¹⁹ 2003). Baseado nesse conceito, os procedimentos adesivos em esmalte demonstram resultados bastante efetivos (Lopes et al. ²⁰ 2002; Swift et al. ²¹ 1995), muito devido a seu alto conteúdo mineral, e de sua estrutura morfológica homogênea. Por outro lado, a adesão ao substrato dentinário tem sido um grande desafio devido à complexidade estrutural da dentina, que apresenta uma grande umidade em seu substrato, associada a um baixo conteúdo mineral e a presença da lama dentinária, também conhecida por *smear layer* (Perdigão ¹⁸ 2007).

Dessa forma, com o intuito de melhorar a adesão em ambos os substratos dentários, os sistemas adesivos sofreram muitas modificações e aprimoramentos ao longo do tempo, com isso muitas classificações surgiram a fim de organizar e simplificar a escolha. Atualmente os sistemas adesivos podem ser classificados de várias maneiras, sendo a mais difundida a classificação quanto ao tratamento do substrato dental, no qual podem ser considerados como sistemas de condicionamento e lavagem e autocondicionantes (Van Meerbeek et al. ¹⁹ 2003; Tay e Pashley ²² 2002).

Também conhecida como *etch-and-rinse*, a técnica de condicionamento e lavagem baseia-se no uso do condicionamento ácido em esmalte e dentina previamente a aplicação do *primer* e adesivo, resultando na remoção total da *smear layer*. Podem ainda ser divididos quanto ao número de passos empregados durante a aplicação, sendo eles: condicionamento e lavagem de 3 passos, onde há a aplicação do ácido + primer + adesivo em etapas separadas, e condicionamento e lavagem de 2 passos, ácido + adesivo (de Souza Silva et al. ²³ 2010).

Quanto a adesão ao substrato dentinário com sistemas adesivos que requerem o condicionamento prévio com ácido fosfórico 35%, dois processos são descritos como fundamentais. No primeiro há a remoção da porção mineral da dentina pelo condicionamento ácido sem causar danos à estrutura colágena. Já no segundo, os espaços deixados pela retirada do mineral devem ser preenchidos pelo sistema

adesivo, penetrando assim no colágeno exposto, empregando e protegendo as fibras colágenas para assim formar a camada híbrida. Este processo garante a integridade das fibras colágenas e evita que elas entrem em colapso. Contudo, se faz necessária uma certa quantidade de água entre os espaços interfibrilares, de modo que os monômeros possam penetrar de forma adequada (Swift et al. ²¹ 1995; Spencer et al. ²⁴ 2000; Cardoso et al. ²⁵ 2011).

Porém, estudos demonstraram que mesmo após a penetração dos monômeros há ainda a presença de fibras colágenas não infiltradas (Wang et al. ²⁶ 2006). Isso ocorre por conta de uma discrepância entre o grau de desmineralização da dentina criado pelo condicionamento ácido e o grau de penetração dos monômeros resinosos, podendo resultar em defeitos na impregnação e polimerização dos sistemas adesivos, aumentando a susceptibilidade a absorção de água e de fluidos orais, e por conseguinte, ocasionando a degradação hidrolítica da interface adesiva (Spencer et al. ²⁴ 2000; Miyazaki et al. ²⁷ 2002).

Em contrapartida, os sistemas adesivos autocondicionantes não necessitam da aplicação isolada de um ácido para produzir porosidades no substrato, uma vez que em suas formulações são adicionados monômeros resinosos acídicos, que simultaneamente desmineralizam e infiltram-se nos tecidos dentais (Carvalho et al. ²⁸ 2005). Estes sistemas foram teoricamente desenvolvidos para diminuir e/ou eliminar essas imperfeições entre a ocorrida desmineralização e a penetração dos monômeros resinosos desejada. Eles podem ser encontrados em dois passos, nos quais um dos frascos é composto por *primer* ácido e outro frasco é composto pelo adesivo propriamente dito, ou ainda podem ser de passo único, também conhecidos por *one-step self-etch* ou *all-in-one*.

Nesses sistemas, a *smear layer* é dissolvida e incorporada na interface adesiva, sendo desmineralizada uma pequena camada subsequente de dentina (Van Meerbeek et al. ¹⁹ 2003). Para que haja esse tratamento da *smear layer* sem a aplicação separada de um ácido, tais sistemas possuem um pH mais ácido em comparação aos adesivos de condicionamento e lavagem. Os adesivos com pH mais ácido (pH < 1,0) exibem ultramorfologia interfacial semelhante a produzida pelos sistemas de condicionamento e lavagem. Por outro lado, adesivos com média acidez (pH = 2,0), leve e ultra leve dissolvem parcialmente a superfície dentinária, permitindo com que um número significativo de cristais de hidroxiapatita permaneça na camada

híbrida (Van Landuyt et al. ⁴ 2007). A eliminação dos passos de lavagem do ácido e secagem da superfície, e uma redução da sensibilidade técnica e prevenindo o colapso das fibras colágenas e falhas na sequência clínica de aplicação, fazem desses adesivos uma ótima opção do ponto de vista clínico.

No entanto, a característica hidrofílica desses sistemas, aumenta a capacidade de retenção de água e solventes, dificultando a sua polimerização, fazendo com que as camadas desses sistemas formadas após a polimerização funcionem como membranas semipermeáveis à passagem de água através da camada híbrida, aumentando a nanoinfiltração e favorecendo a diminuição dos valores de resistência de união e a degradação ao longo do tempo (Ito et al. ²⁹ 2005; Tay et al. ³⁰ 2002).

Recentemente, mais especificamente em 2011, foram lançados no mercado os sistemas adesivos universais, que trouxeram consigo uma maior versatilidade, uma vez que além da possibilidade de serem aplicados seguindo as duas estratégias, condicionamento e lavagem ou autocondicionante, podem ser utilizados em procedimentos indiretos, sob diferentes substratos.

Para que isso fosse possível, foram adicionados monômeros acídicos com capacidade de interação química com os substratos as suas composições, e dentre eles o mais utilizado sendo o 10-MDP. Quando um adesivo contendo 10-MDP é aplicado na dentina, a superfície deste substrato é parcialmente desmineralizada e uma quantidade substancial de cristais de hidroxiapatita é deixada ao redor das fibras colágenas. Nesse contexto, os íons cálcio residuais, provenientes da dissolução parcial dos cristais de hidroxiapatita, podem servir como sítios de ligação para o estabelecimento de uma adesão química adicional às moléculas de 10-MDP (Van Meerbeek et al. ¹ 2011; Muñoz et al. ³¹ 2015; Marchesi et al. ³² 2014; Mena-Serrano et al. ³³ 2013). A literatura tem descrito que a adesão química promovida pelo 10-MDP é mais efetiva e estável se comparada a outros monômeros funcionais, tais como 4-MET e Phenyl-P (Van Meerbeek et al. ¹ 2011).

Apesar de versáteis, adesivos universais parecem não condicionar apropriadamente o esmalte, uma vez que apresentam pH maior ou igual a 2, bem inferior ao demonstrado pelo ácido fosfórico (Kenshima et al. ³⁴ 2005). Corroborando

para esta afirmação, foi observado que a resistência de união ao esmalte do sistema Single Bond Universal (3MESPE) aumentou significativamente quando o esmalte foi previamente condicionado com ácido fosfórico (Van Meerbeek et al. ¹⁹ 2003). Teoricamente, o ácido fosfórico cria mais porosidades na superfície do esmalte, aumentando tanto a área de adesão quanto a molhabilidade ao substrato, permitindo assim que o adesivo penetre melhor no esmalte. Além disso, a interação dos monômeros funcionais do adesivo com a hidroxiapatita do esmalte parece ser menos efetiva do que aquela apresentada à dentina. Nesse contexto, vários autores recomendam a associação do ácido fosfórico aos adesivos universais para facilitar a dissolução do esmalte e, conseqüentemente, aumentar a resistência de união a este substrato, caracterizando assim, a técnica de condicionamento seletivo em esmalte (Perdigão et al. ³⁵ 2014; Rosa et al. ³⁶ 2015; McLean et al. ³⁷ 2015).

Estudos também relatam, que existe uma interação entre os componentes presentes nos sistemas adesivos universais, os quais podem ter conseqüências no desempenho adesivo destes materiais (Fujita Nakajima et al. ⁶ 2018). Tradicionalmente, os adesivos contêm monômeros, solventes orgânicos, iniciadores e inibidores, e é evidente que todos os componentes têm uma função específica. Sendo assim, boas percepções quanto as propriedades químicas dos componentes dos adesivos são fundamentais para compreender ou mesmo prever seu comportamento (Van Landuyt et al. ⁴ 2007).

Um monômero de uso corriqueiro na composição desses produtos é o HEMA, um monômero hidrofílico, com a capacidade de melhorar a penetração dos componentes dentro da malha de dentina desmineralizada. No entanto, o mesmo possui a capacidade de absorver a água, dessa forma, adesivos que contêm HEMA seriam mais suscetíveis à contaminação da água, pois o HEMA no adesivo não polimerizado pode absorver a mesma, o que pode levar à diluição dos monômeros na medida que a polimerização é inibida (Farsai ³⁸ 2018). Outro fato, descrito por (Breschi et al. ⁹ 2008) é que adesivos com a presença de HEMA absorvem mais água e, portanto, levam a uma maior hidrólise na interface adesiva, afetando assim a durabilidade da adesão.

Atualmente muito se fala sobre a adesão química ao substrato promovida pelo 10-MDP. Contudo, recentemente foram apontadas algumas interações negativas entre o 10-MDP e o HEMA. Por exemplo (Yoshida et al. ⁷ 2012) demonstraram que o

HEMA, quando presente na composição de sistemas adesivos universais, inibe parcialmente sua capacidade de ligação a hidroxiapatita. É sabido que o 10-MDP, por ser um monômero ácido, condiciona a superfície da dentina, liberando assim íons cálcio, esses íons cálcios se ligam ao 10-MDP, formando nanocamadas que garantem a adesão química. Dessa forma, o HEMA, estaria diminuindo a capacidade de condicionamento do 10-MDP, onde menos íons cálcios ficam disponíveis para formação das ligações, afetando assim a adesão de sistemas universais (Fujita Nakajima et al. ⁶ 2018). No entanto, não se sabe ao certo até que ponto essa interação entre os dois monômeros afeta as propriedades adesivas de sistemas adesivos universais já presentes no mercado, sendo essa a premissa do presente estudo.

3 PROPOSIÇÃO

3.1 PROPOSIÇÃO GERAL

Avaliar “*in vitro*” o efeito da presença do HEMA em sistemas adesivos universais contendo 10-MDP, nas propriedades adesivas imediatas ao esmalte e dentina.

3.2 PROPOSIÇÕES ESPECÍFICAS

- 3.2.1 Avaliar a efetividade de adesivos universais com e sem HEMA na resistência de união imediata ao esmalte e dentina através de teste de microtração e microcisalhamento, respectivamente.
- 3.2.2 Avaliar a efetividade de adesivos universais com e sem HEMA na nanoinfiltração imediata ao esmalte e dentina por microscopia eletrônica de varredura (MEV).
- 3.2.3 Avaliar o grau de conversão de sistemas adesivos universais com e sem HEMA em esmalte e dentina através de espectroscopia por Micro-Raman.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 APROVAÇÃO ÉTICA E PROTOCOLO DE REGISTRO

Este estudo foi aprovado pela Comissão de Ética em Pesquisa em Seres Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa, por meio do parecer nº 4.650.921 (Anexo A).

4.2 SELEÇÃO DOS DENTES

Para realização desse estudo, foram selecionados 120 molares hígidos permanentes, que foram obtidos através do Banco de Dentes Humanos da UEPG via documentação específica.

Foram incluídos terceiros molares hígidos, excluindo dentes decíduos ou dentes permanentes que apresentassem defeitos visíveis a olho nu, restaurações ou acometimento por cárie. Previamente ao início, os dentes foram limpos manualmente com curetas periodontais (HU-Friedy Mfg. Co. Chicago, IL, USA) e aparelho de ultrassom, e posteriormente armazenados em água destilada a uma temperatura ambiente.

4.3 DESENHO EXPERIMENTAL

Após limpeza, dos 120 dentes, 72 foram selecionados para testes em dentina e 48 para os testes em esmalte, aleatoriamente distribuídos em 8 grupos para cada substrato, divididos de acordo com o sistema adesivo a ser empregado 1) *Scotchbond Universal* [3M ESPE, St. Paul, MN, USA.]; 2) *GLUMA Bond Universal* [Kulzer America, LLC, South Bend, USA]; 3) *Solare Universal Bond* [GC America, Alsip, IL, USA]; 4) *Zipbond* [SDI, Victoria, Austrália] e o modo de aplicação da técnica, CL ou AC.

4.4 PREPARO DAS SUPERFÍCIES DE DENTINA

As superfícies oclusais dos 72 dentes selecionados para testes em dentina foram desgastadas 3mm (\pm 1mm) até exposição da dentina intermediária, com auxílio de uma máquina de corte de gesso (VH Softline, Kohlbach), sob refrigeração. Em seguida, visando que não haja interferência, a camada de esmalte da lateral foi removida com ponta diamantada em alta rotação. Logo após, as superfícies de dentina foram lixadas com lixas de carbeto de silício de granulação 600 (3M Oral Care, St. Paul, MN, EUA) em uma politriz

por 60s sob refrigeração, eliminando remanescentes de esmalte e padronizando a camada de *smear layer* em todos os grupos. (Figura 1)

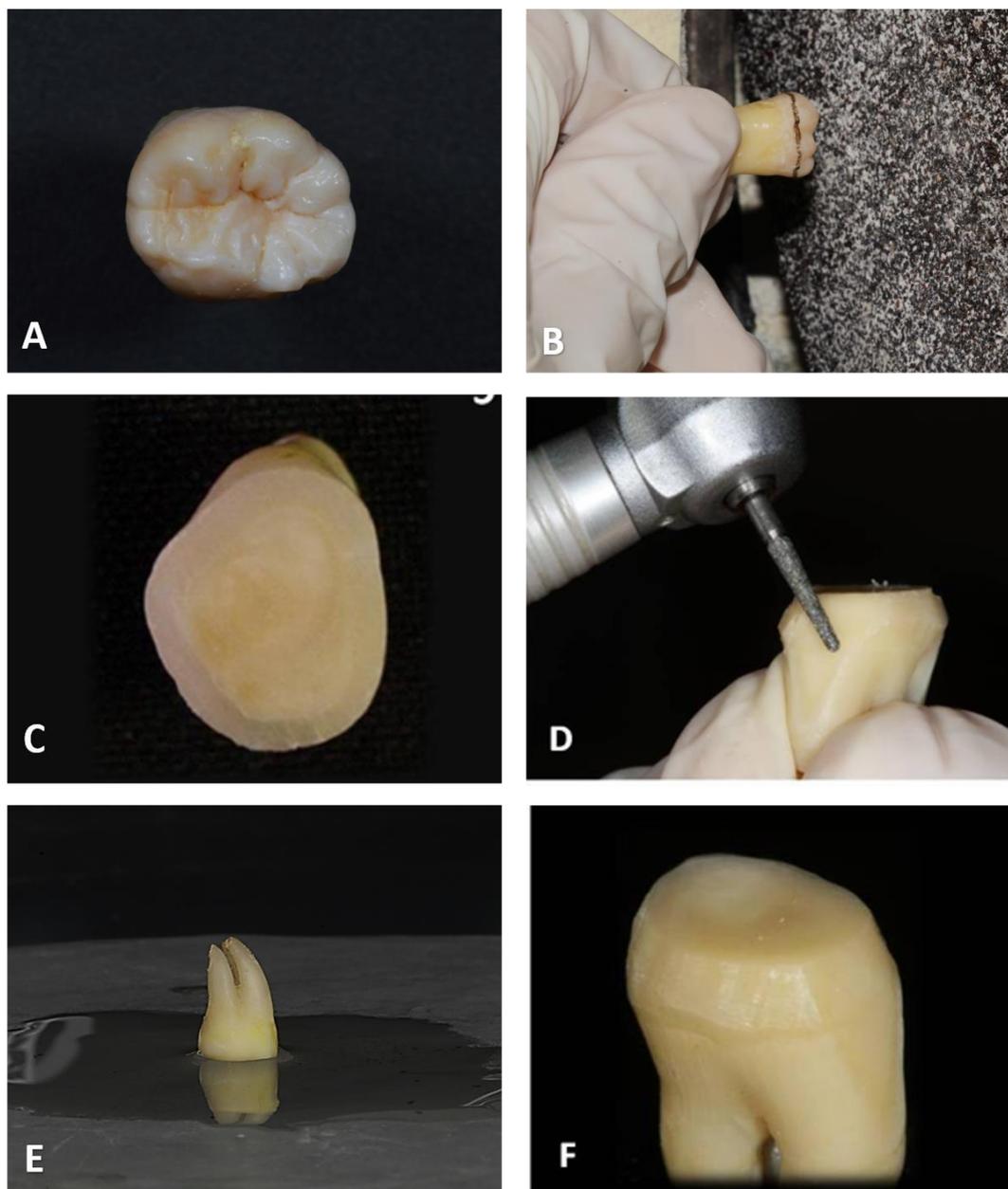


Figura 1: Preparo dos dentes. A: Molares hígidos; B: eliminação do esmalte coronal em recortador de gesso com irrigação constante; C: aspecto após remoção de esmalte oclusal; D: eliminação do esmalte periférico com ponta diamantada em alta rotação; E: padronização da *smear layer* com lixa de carbeto de silício com granulação #600 por 60 s; F: Aspecto final

4.5 PREPARO DA SUPERFÍCIE DE ESMALTE

As superfícies mesial, distal, vestibular e lingual dos 48 molares selecionados para testes em esmalte foram planificadas, com lixas de granulação #600 por 60 segundos sob refrigeração e logo após, as raízes foram removidas por seccionamento na junção cemento esmalte utilizando um disco de corte (15 HC-4in, Buehler, Ltd., Lake Buff, IL, EUA), em uma máquina de corte sob refrigeração (Isomet, Buehler, Lake Buff, IL, USA). Em seguida as coroas dentais foram seccionadas em 2 diagonais ao longo eixo do dente, resultando em 4 segmentos (vestibular [V], mesial [M], distal [D] e lingual [L]) totalizando 192 espécimes e em seguida, montados em um anel de PVC contendo resina acrílica, de modo que a superfície de esmalte fique no topo do cilindro (Figura 2).

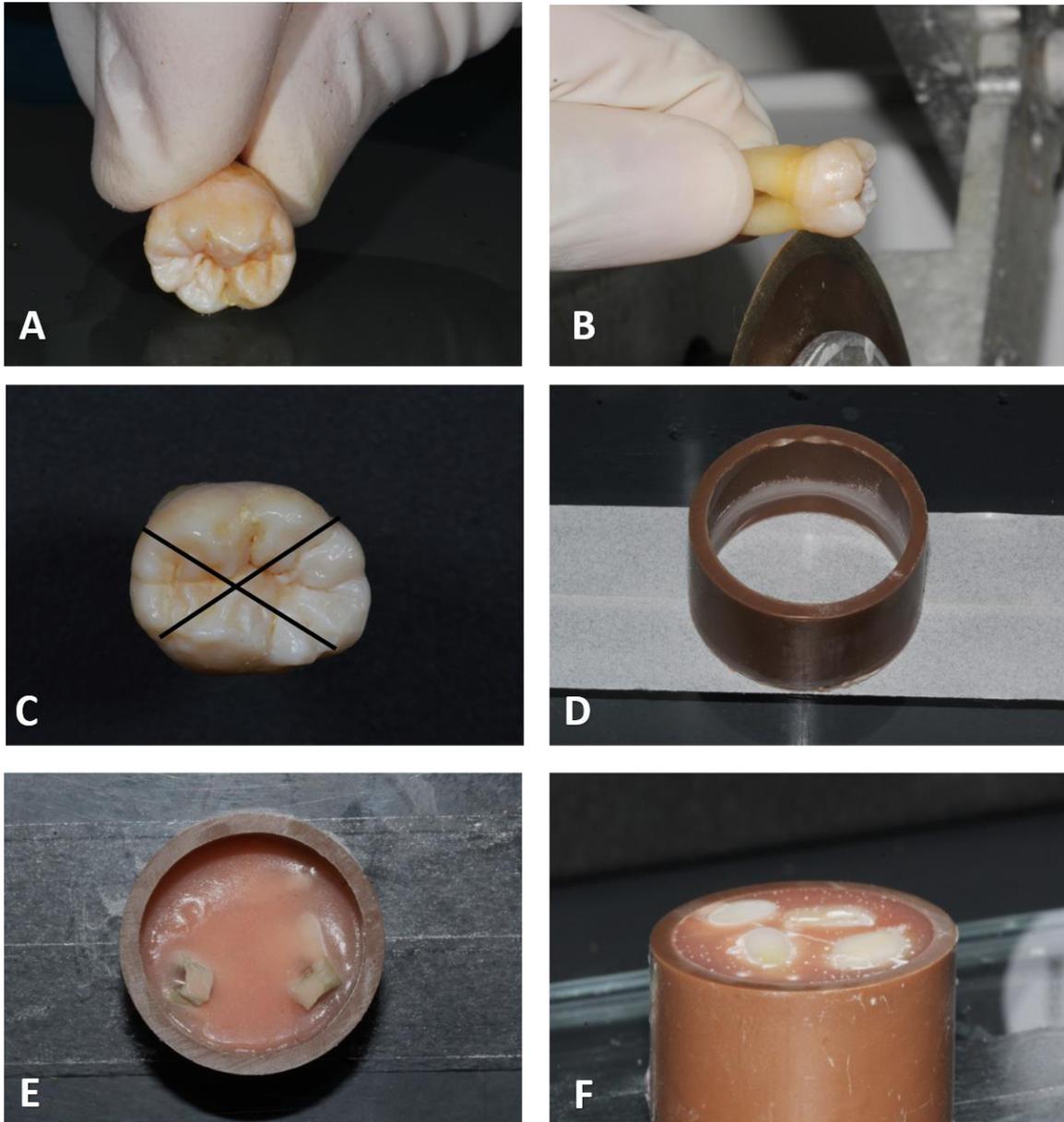


Figura 2: Preparo dos dentes. A: Planificação das faces V, M, D e L com lixa de carbeto de silício com granulação #600; B: Seccionamento da raiz; C: Seccionamento das coroas dentais em 2 diagonais ao longo eixo do dente; D: Cano de PVC para embutimento dos espécimes; E: Espécimes montados e fixados com resina acrílica vermelha; F: Aspecto final.

4.6 PROTOCOLO ADESIVO

Para todos os grupos, o protocolo adesivo foi realizado de acordo com instruções do fabricante, aplicando tanto o modo condicionamento e lavagem, como autocondicionante, sendo essa etapa realizada por um único operador. Os sistemas adesivos, composições químicas e técnicas de aplicação segundo o fabricante encontram-se na Tabela 1.

Tabela 1. Sistemas adesivos, composição e modo de aplicação

(continua)

Sistema Adesivo (número de série)	pH	Composição	Estratégia Autocondicionante	Estratégia Convencional e lavagem
<i>Scotchbond Universal (SBU; 3M, Oral Care #1926900596) Adesivo contendo HEMA</i>	2,5	10-MDP, HEMA, modificado com metacrilato copolímero de ácido polialquenóico, etanol, água, iniciadores, silano	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aplicar o adesivo em todo o preparo com um microbrush de maneira ativa por 20 s. 2. Leve jato de ar por 5s para evaporação do solvente. 3. Fotopolimerização com uma unidade LED configurada em 1400 mW/cm² por 10 s. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Condicionamento ácido (condac 37%, FGM) por 15 s 2. Lavar por 15 s 3. Jato de ar por 2 s 4. Aplicação do adesivo conforme descrito no modo AC.
<i>Gluma Bond Universal (Kulzer, Alemanha, #K010039) Adesivo sem HEMA</i>	1,5	10-MDP, Bis-GMA, 4-ethyl dimethyl aminobenzoate, cetylamine hydrofluoride, iniciadores, acetona e água.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aplicar o adesivo em todo o preparo com um microbrush de maneira ativa por 20 s. 2. Leve jato de ar por 5s para evaporação do solvente. 3. Fotopolimerização com uma unidade LED configurada em 1400 mW/cm² por 10 s. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Condicionamento ácido (condac 37%, FGM) por 15 s 2. Lavar por 15 s 3. Jato de ar por 2 s 4. Aplicação do adesivo conforme descrito no modo AC.
<i>Solare Universal Bond (GC, América, #181252) Adesivo sem HEMA</i>	1,3	4-META, UDMA, TEGDMA, 10-MDP, acetona, água, sílica e, iniciadores.	<ol style="list-style-type: none"> 1. Aplicar o adesivo em todo o preparo com um microbrush de maneira ativa por 10 s. 2. Leve jato de ar por 5s para evaporação do solvente. 3. Fotopolimerização com uma unidade LED configurada em 1400 mW/cm² por 10 s. 	<ol style="list-style-type: none"> 1. Condicionamento ácido (condac 37%, FGM) por 15 s 2. Lavar por 15 s 3. Jato de ar por 2 s 4. Aplicação do adesivo conforme descrito no modo AC.

Zipbond
Universal (SDI,
Austrália,
#190713)
Adesivo sem
HEMA

2,5

10-MDP,
etanol,
iniciadores,
água e
fluoreto.

1. Aplicar o adesivo em todo o preparo com um microbrush de maneira ativa por 10 s.
Aguardar 10s
2. Leve jato de ar por 5s para evaporação do solvente.
3. Fotopolimerização com uma unidade LED configurada em 1400 mW/cm² por 10 s.

(conclusão)

1. Condicionamento ácido (condac 37%, FGM) por 15 s
2. Lavar por 15 s
3. Jato de ar por 2 s
4. Aplicação do adesivo conforme descrito no modo AC.

Abreviações: Bis-GMA: bisphenol A diglycidyl methacrylate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate; 4-META: 4-methacryloyloxyethyl trimellitate anhydride; 10-MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate.

4.7 PROCEDIMENTO RESTAURADOR E TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM DENTINA

Para o teste em dentina, 9 dentes por grupo experimental foram utilizados, onde após a aplicação e fotoativação de cada sistema adesivo, foram realizadas restaurações com resina composta (Opallis/FGM, Joinville, SC, Brasil) na cor A2 em 2 incrementos de 2 mm cada, sendo cada um fotoativado usando uma unidade de LED configurada em 1400 mW/cm² por 40s (Valo, High Power Mode, Ultradent Products, Inc, South Jordan, UT, USA). Os espécimes preparados foram então armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C (Figura 3).

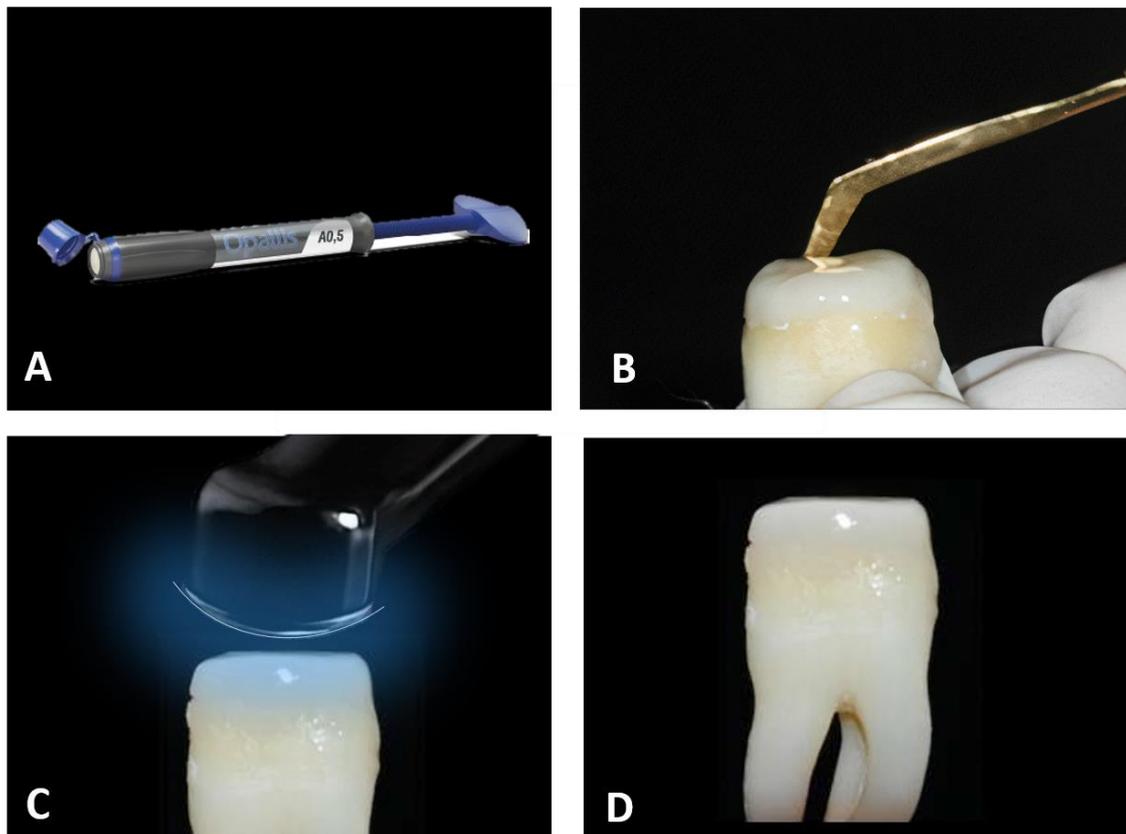


Figura 3: Processo restaurador. A: Resina composta utilizada; B: Restauração por incrementos; C: Fotoativação de cada incremento por 20 s; D; Aspecto final do dente restaurado.

Após 24 horas, os espécimes foram adaptados ao dispositivo para máquina de corte (1000 Isomet 1000 - Buehler®, Lake Bluff, IL, USA) a qual foi equipada com um disco de diamante de 0,3 mm (Buehler, Lake Bluff, IL, USA), e em seguida, realizadas duas sequências de cortes longitudinais (eixo x) perpendiculares (eixo y), com a máquina

calibrada a 300 rpm ajustada para realizar cortes de $\pm 0,7-0,9$ mm, resultando em palitos da interface dente-restauração. Cada palito foi avaliado em microscopia óptica com um aumento de 40x, no intuito de verificar a interface adesiva perpendicular ao longo eixo dos palitos (Armstrong et al. ³⁹ 2017). Após esta avaliação os foram armazenados por 24 horas a 37° C (Figura 4).

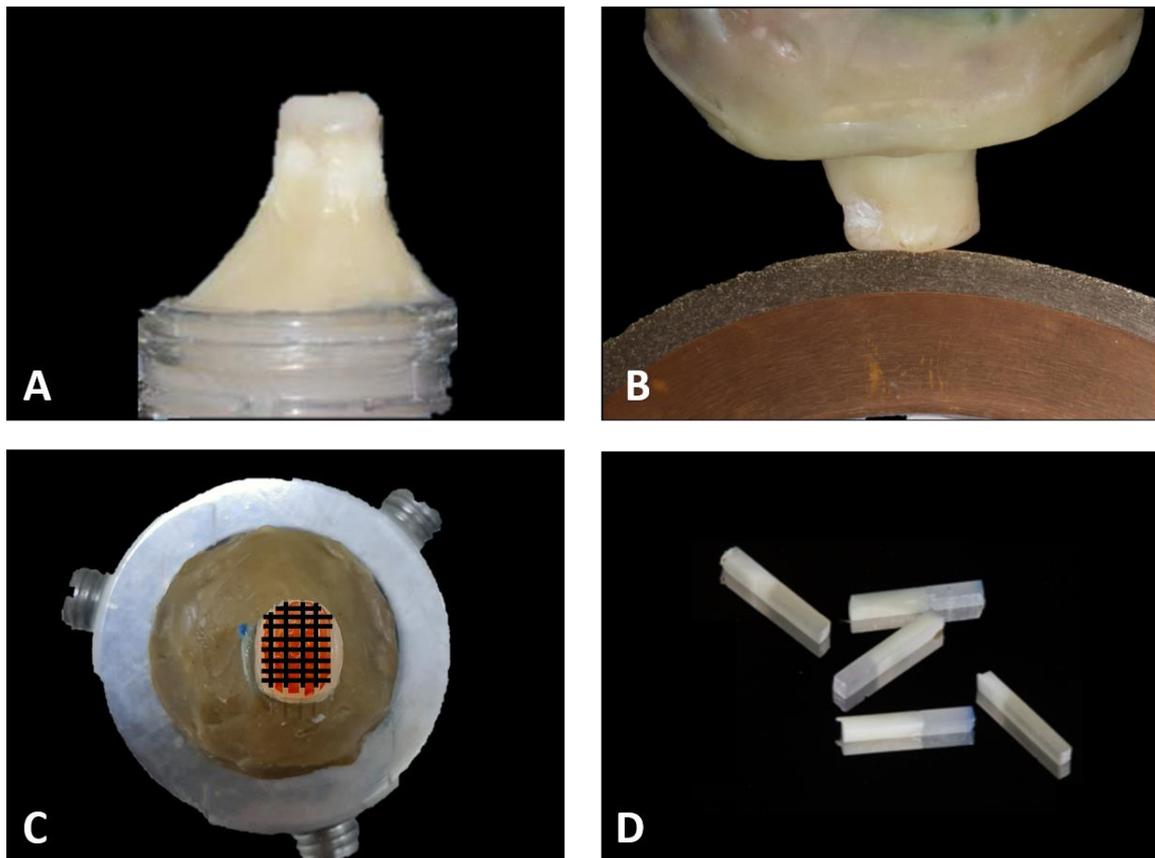


Figura 4: Preparo dos palitos de dentina para os testes de adesão. A: fixação do dente restaurado no dispositivo para ser adaptado na máquina de corte; B: dispositivo adaptado na máquina de corte com o dente restaurado a ser cortado em contato com o disco de corte; C: cortes nos sentidos “x” e “y”; D: palitos de dentina para os testes de adesão.

Após as 24 horas de armazenamento, a área de secção transversal (mm^2) da interface adesiva dos palitos foram mensuradas com um paquímetro e esses dados foram inseridos no programa de automatização da máquina. Em seguida, os palitos foram acoplados individualmente em um dispositivo de microtração com cianocrilato em gel de presa lenta pelas extremidades, associado a um acelerador de cianocrilato, visando assim, posicionar a interface adesiva perpendicular ao longo eixo de tração. O dispositivo foi acoplado a máquina de ensaio universal e tracionado até a falha sob velocidade de 1mm/min com uma célula de carga de 10 N. Os dados foram obtidos com o auxílio do

programa de automatização da máquina Instron, que expressam os mesmos MegaPascal (MPa) (Armstrong et al. ³⁹ 2017). Após teste de microtração, os palitos foram secos com papel absorvente e uma inspeção visual sob magnificação de 10x foi feita para determinar o tipo de fratura, classificada em: Coesiva em dentina ou resina (C) ou adesiva mista (A/M). (Figura 5)

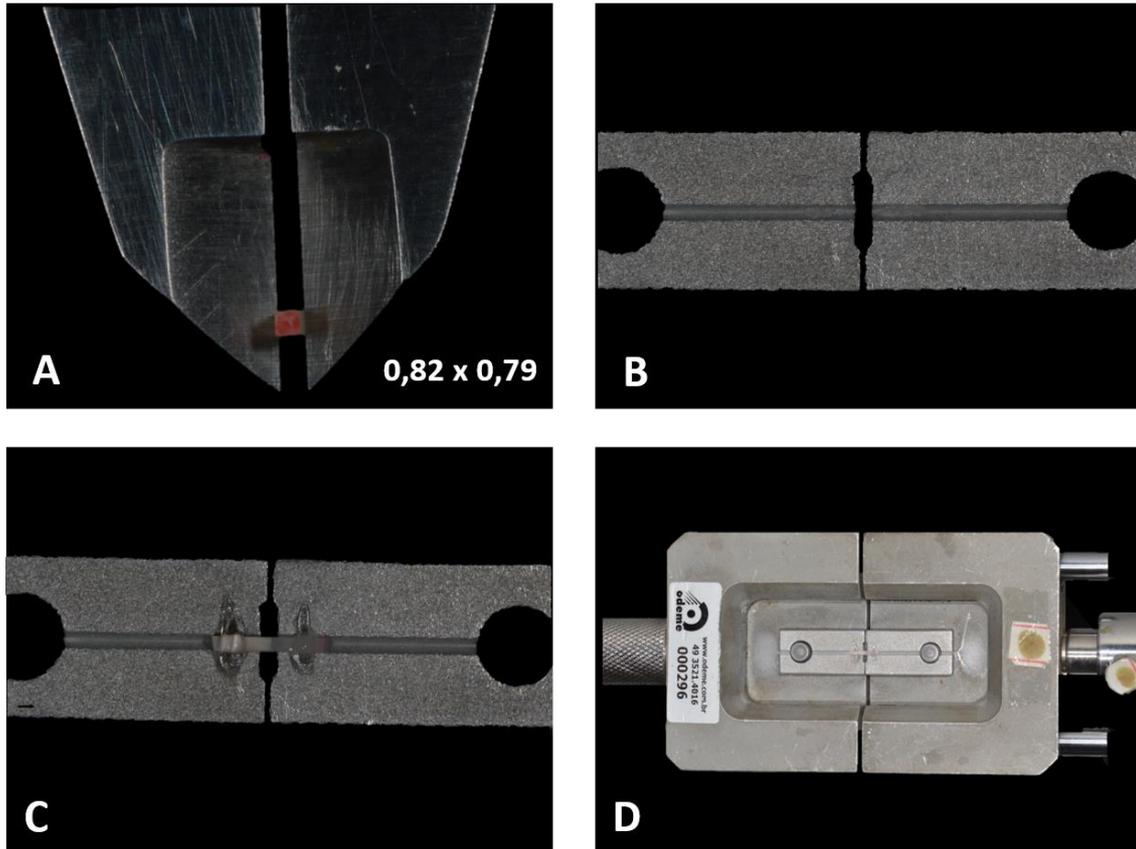


Figura 5: Teste de resistência de união por microtração: A: mensuração da área de secção transversal com paquímetro digital; B: Garra para microtração; C: fixação de um palito na garra para microtração; D: garra para microtração adaptada na máquina de ensaios universal.

4.8 PROCEDIMENTO RESTAURADOR E TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO EM ESMALTE

Para o teste em esmalte, tubos de polietileno (Tygon Medical Tubing Formulations 54-HL, Saint Gobain Perfomace Plastics, Akron, OH, EUA) com diâmetro interno de 0,8 mm e altura de 0,5 mm foram posicionados sobre a fita dupla face com o lúmen coincidente com as perfurações. Após isso, a resina composta foi inserida no interior de cada tubo e fotoativada por 40s. Em seguida os espécimes foram armazenados em água destilada a 37° C por 24 horas (Siqueira et al. ⁴⁰ 2019) (Figura 6).

Após este período, os tubos e a fita foram cuidadosamente removidos utilizando uma lâmina de bisturi para que houvesse a exposição dos cilindros de resina composta. Cada cilindro de resina foi então examinado sob magnificação de 10x para verificar a presença de bolhas.

Os espécimes foram então acoplados a um dispositivo de microcisalhamento (Odeme Biotechnology, Joaçaba, SC, Brazil) e então os cilindros de resina composta testados em uma máquina de ensaio universal, onde um fio ortodôntico de aço (0,2 mm de diâmetro) foi posicionado de modo a tracionar a interface resina/dentina perpendicularmente ao centro da célula de carga induzindo a correta orientação das forças sob a velocidade de 1mm/min até a falha (Siqueira et al. ⁴⁰ 2019). Os valores da resistência de união foram calculados pela divisão da carga da fatura pela área de superfície (mm²). Após tracionados, foram examinados para definir a localização e tipo de falha adesiva (Figura 6).

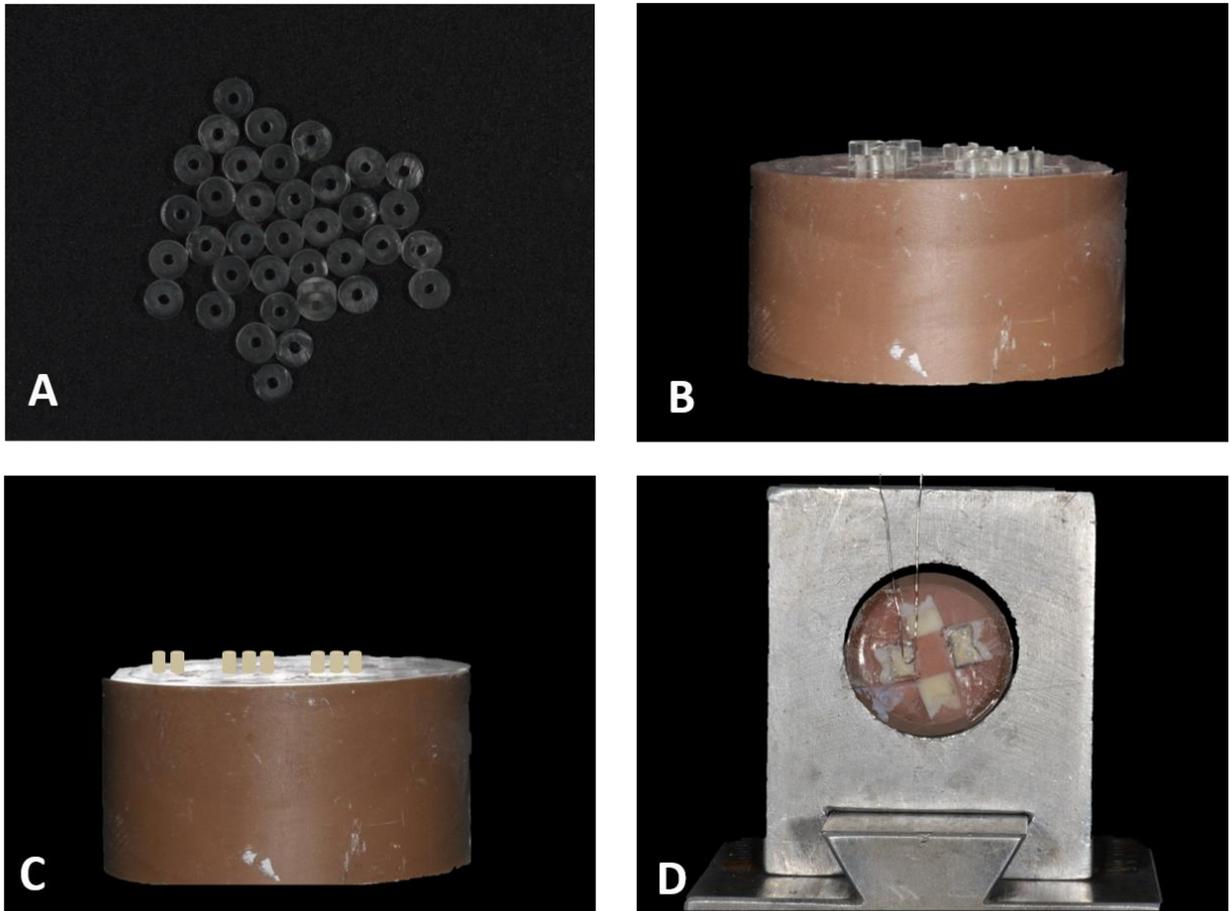


Figura 6: Microcisalhamento: A: Tubos de polietileno (Tygons); B: fixação dos Tubos de polietileno na superfície demarcada em esmalte por uma fita dupla face; C: corpos de prova após restauração e remoção dos Tubos de polietileno; D: espécimes adaptados na máquina de ensaios universal.

4.9 ANÁLISE DA NANOINFILTRAÇÃO (NI) POR MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Para dentina, três palitos de cada grupo experimental, que não foram utilizados para o teste de resistência de união foram selecionados aleatoriamente para a análise da nanoinfiltração. Os palitos foram imersos em solução aquosa de nitrato de prata amoniacal 50% em peso (pH = 7,0) em um recipiente escuro por 24 horas. Após esse período foram enxaguados abundantemente com água destilada e imersos em solução reveladora por 8 horas sob luz fluorescente para que haja redução dos íons de prata ao longo das microporosidades na interface de união. Depois de revelados foram novamente enxaguados com água destilada e fixados com cianocrilato em *stubs* de alumínio. Um polimento foi realizado com uso de lixas de água em granulações de 600, 1000, 1200, 1500, 2000 e 4000 (Buehler Ltda, Lake Bluff, IL, EUA) seguido de polimento final com discos de feltro com pasta diamantada, sob irrigação constante com água. Os espécimes foram lavados em cuba no intervalo entre lixa e pasta de polimento por 15 minutos e, ao finalizar o polimento os corpos de prova foram lavados da mesma maneira por 30 minutos. Após remoção do excesso de água, as amostras foram levadas ao dessecador com sílica coloidal por 24 horas, após esse período foram metalizadas com ouro e levadas ao MEV (SSX 550, Shimadzu, Tóquio, Japão) onde 2 fotomicrografias foram obtidas com aumento de 600x da interface de união de cada palito (Muñoz et al. ³¹ 2015). (Figura 7)

Para esmalte, três fatias de esmalte/resina preparadas anteriormente, para cada grupo experimental, foram utilizadas para nanoinfiltração, que foi realizada conforme já descrito para os espécimes de dentina.

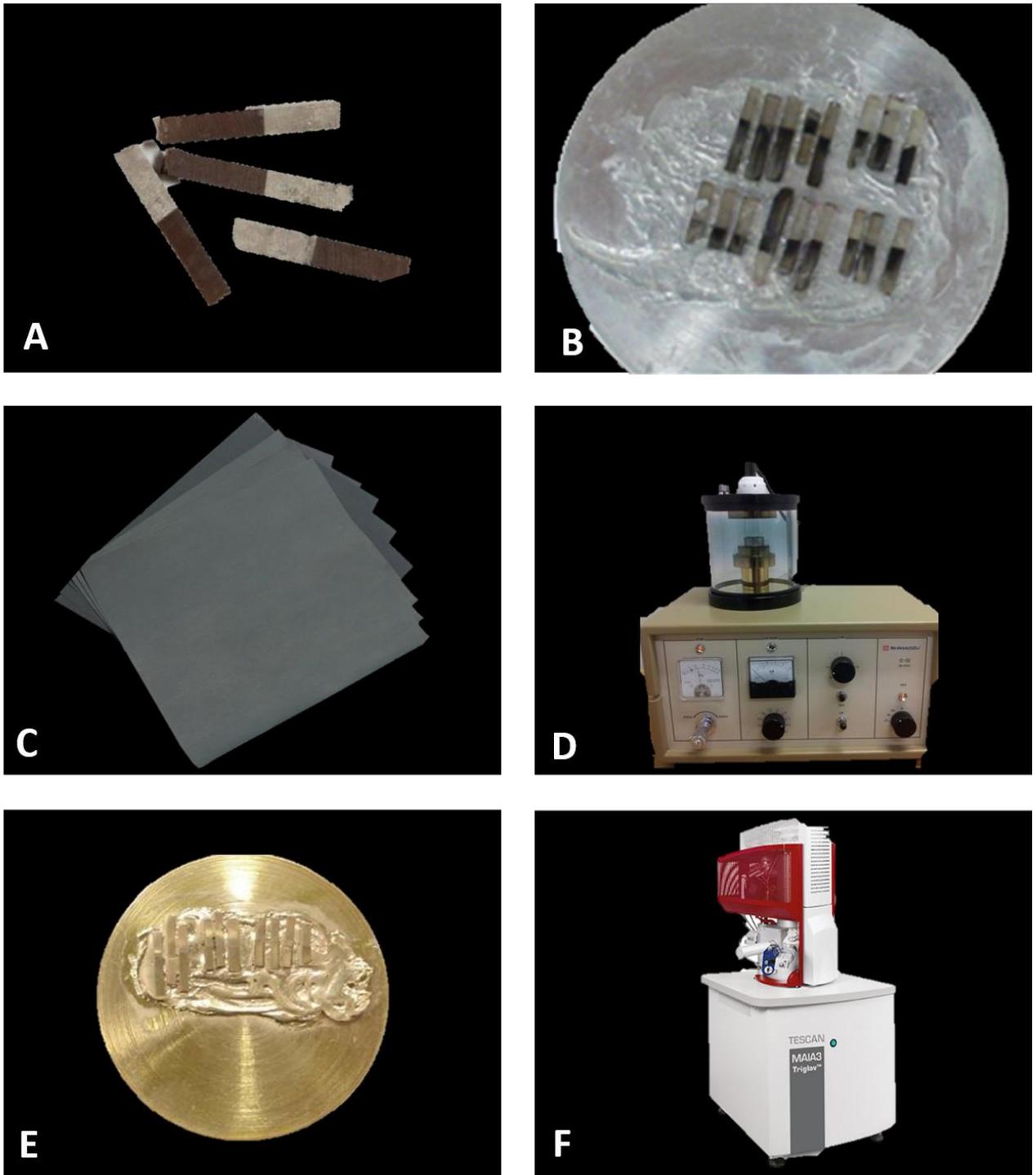


Figura 7: Preparo dos palitos para nanoinfiltração: A: Palitos revelados; B: fixação dos palitos em *stub* de alumínio; C: Série de lixas para polimento; D: Metalização da amostra; E: Amostra metalizada; F: Microscópio eletrônico de varredura.

4.10 GRAU DE CONVERSÃO (GC) POR ESPECTROSCOPIA POR MICRORAMAN

Para dentina, os palitos selecionados para análise do grau de conversão foram submetidos a um polimento com lixas de granulação de 1500 e 2000 por um período de 30 segundos sob irrigação. Logo após foram lavados em cuba ultrassônica por 30 minutos e armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Para análise do GC, os corpos de prova foram levados ao espectrômetro de Raman (BrunkOpticGmbH, Ettlingen, Badem-Württemberg, Alemanha), que foi calibrado a zero e uma amostra de silicone será para os valores coeficientes. Os espécimes foram avaliados sob os seguintes parâmetros: laser de Neônio com 532 nm de comprimento de onda a 20 mW de potência, resolução espacial de $\approx 3 \mu\text{m}$, resolução espectral de $\approx 5\text{cm}^{-1}$ com 30 segundos de tempo de acumulação e 5 co-adições em magnificação de 100x (Olympus UK, London, UK) para um laser de $\approx 1 \mu\text{m}$ de diâmetro. Os espectros foram obtidos da interface adesiva de sítios na região da camada híbrida e uma imagem digital de cada sítio foi obtida.

Para comparação do GC, espectros de adesivos não polimerizados foram utilizados como referência. Com os espectros obtidos, os dados foram processados com uso do software Opus Spectroscopy Software Version 6.5 (BrunkOpticGmbH, Ettlingen, Badem-Württemberg, Alemanha) para determinação dos valores da área integrada dos picos registrados (Hass et al. ⁴¹ 2019). O grau de conversão foi calculado de acordo com a seguinte fórmula:

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

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

Para esmalte, 3 fatias de cada grupo experimental, foram utilizadas para o grau de conversão, que foi realizado conforme já descrito para os espécimes de dentina.

4.11 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os palitos (dentina) ou cilindros de resina (esmalte) obtidos do mesmo dente foram utilizados para a obtenção de apenas um valor por dente. Os valores obtidos para resistência de união, grau de conversão e nanoinfiltração, para cada substrato, foram submetidos a um teste de variância de 2 fatores (adesivo [4 níveis] x estratégia [2 níveis]). Para todos os testes, para determinar a diferença par-a-par entre os grupos, foram submetidos ao teste de Tukey ($\alpha = 0.05$).

5 RESULTADOS

5.1 AVALIAÇÃO DA INTERFACE-RESINA DENTINA

A maioria dos espécimes foram classificados com falhas adesivas (97,3%). Um baixo percentual de falhas coesivas (2,76%) em dentina/resina foi observado para todos os adesivos e estratégias (Tabela 2).

Tabela 2: Número de espécimes (%) de acordo com o modo de fratura para todos os grupos experimentais.

Sistema Adesivo	Modo de aplicação	Padrão de fratura		
		C	AM	FP
Scotchbond Universal	CL	2 (6.5)	30 (93.5)	0 (0)
	AC	1 (3.1)	31 (96.9)	0 (0)
Gluma Bond Universal	CL	0 (0)	32 (100)	0 (0)
	AC	0 (0)	26 (81.3)	4 (18.7)
Solare Universal Bond	CL	0 (0)	31 (96.9)	1 (3.1)
	AC	0 (0)	32 (100)	0 (0)
Zipbond Universal	CL	3 (9.3)	29 (90.7)	0 (0)
	AC	1 (3.1)	31 (96.9)	0 (0)

Abreviações: A/M adesiva/mista; C, coesiva; A, adesiva; FP, falha prematura. Modo de aplicação: CL; condicionamento e lavagem. AC; autocondicionante

Em relação a resistência de união por microtração foi observada diferença significativa entre os grupos ($p = 0,001$; Tabela 3). Em relação ao adesivo, o SBU e ZIP apresentaram os maiores valores de resistência de união quando comparados ao GBU e SUB, para ambas as estratégias ($p = 0,001$; Tabela 3). A estratégia convencional apresentou os maiores valores de resistência de união por microtração quando comparada a estratégia autocondicionante ($p = 0,001$; Tabela 3), com exceção do SBU.

Em relação a NI foi observada diferença significativa ($p = 0,001$; Tabela 3). Em relação ao adesivo, o SBU e ZIP apresentaram os menores valores de nanoinfiltração quando comparados ao GBU e SUB, para ambas as estratégias ($p = 0,001$; Tabela 3). Para a estratégia adesiva e para todos os adesivos, não foi observada diferença significativa nos valores de nanoinfiltração quando comparada as estratégias CL e AC ($p > 0,05$; Tabela 2; Figura 8).

Em relação ao grau de conversão também foi observada uma diferença significativa ($p = 0,001$; Tabela 3). Em relação ao adesivo, o SBU e ZIP apresentaram os maiores valores de grau de conversão quando comparados ao GBU e SUB, para ambas as

estratégias ($p = 0,0001$; Tabela 3). Quanto a estratégia adesiva, SBU e ZIP apresentaram maiores valores no modo CL quando comparada ao modo AC ($p = 0,0001$; Tabela 2). Por outro lado, não foi observada diferença significativa nos valores de grau de conversão quando as estratégias CL e AC foram comparadas para os adesivos GBU e SUB ($p > 0,05$; Tabela 3).

Tabela 3. Médias e desvios padrões dos valores de RU (MPa), grau de conversão (%) e nanoinfiltração (%) em dentina para todos os grupos experimentais.

Adesivos	Estratégia	Resistência de união (MPa)	Grau de conversão (%)	Nanoinfiltração (%)
Scotchbond Universal	Condicionamento e lavagem	46,2 ± 3,7 A	59,5 ± 3,7 a	4,6 ± 1,7 ^{A,B}
	Autocondicionante	48,6 ± 3,3 A	48,2 ± 3,3 b	3,3 ± 0,7 ^{A,B}
Gluma Bond Universal	Condicionamento e lavagem	38,3 ± 2,9 B	36,1 ± 1,5 d	9,1 ± 1,1 ^C
	Autocondicionante	32,4 ± 2,2 C	35,4 ± 3,6 d	7,7 ± 1,1 ^C
Solare Universal Bond	Condicionamento e lavagem	36,1 ± 3,2 B	31,4 ± 3,4 d	8,4 ± 2,9 ^C
	Autocondicionante	28,8 ± 3,4 C	31,7 ± 2,3 d	10,5 ± 1,8 ^C
Zipbond Universal	Condicionamento e lavagem	46,4 ± 3,9 A	53,7 ± 3,5 b	6,0 ± 0,9 ^B
	Autocondicionante	37,4 ± 3,1 B	42,7 ± 1,0 c	2,9 ± 0,7 ^{A,B}

(*) Para cada teste, letras diferentes, maiúsculas ou minúsculas significam diferença estatisticamente significantes entre os grupos

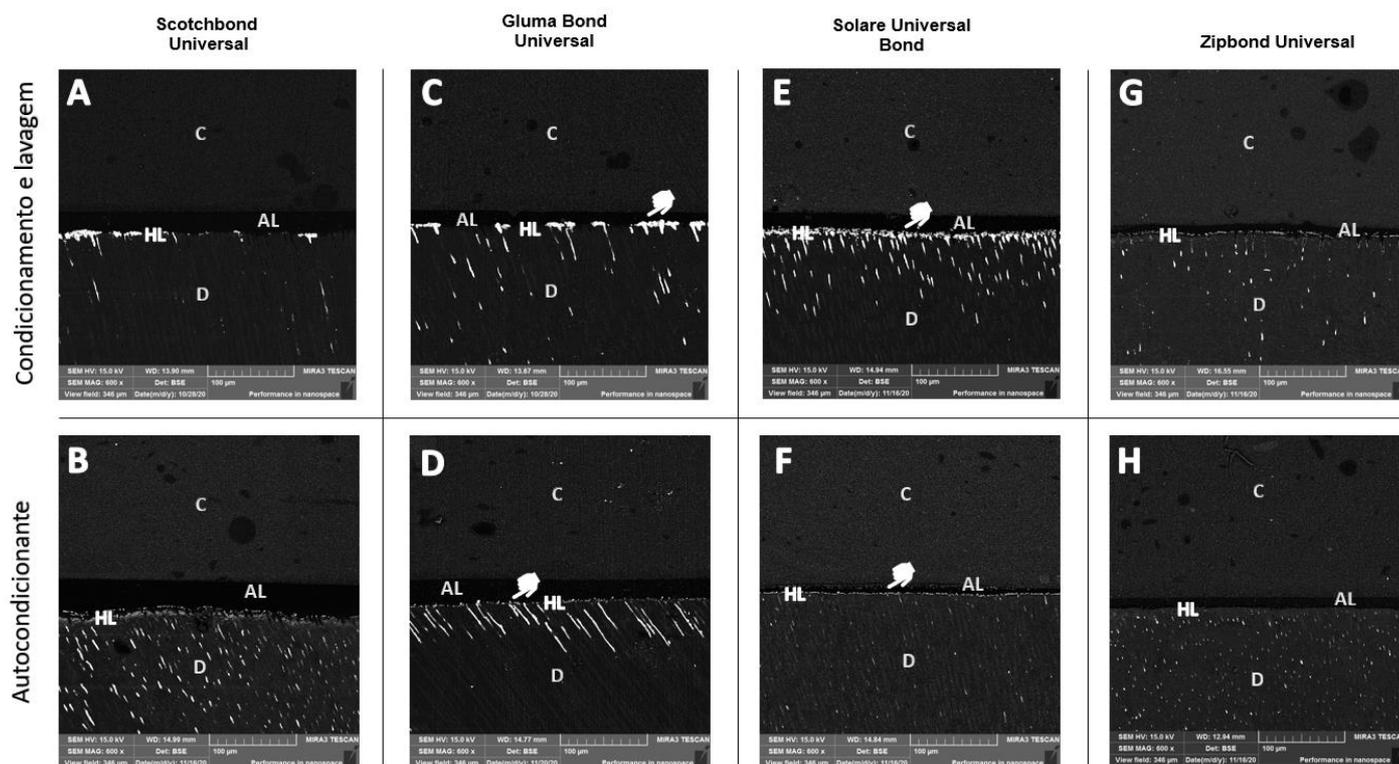


Figura 8: Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (1200X) para cada condição experimental. A quantidade de nanoinfiltração foi menor e praticamente ocorreu dentro da camada híbrida para Scotchbond Universal (A-B) e Zipbond Universal (G-H). Para Gluma Bond Universal (C-D) e Solare Universal Bond (E-F), a quantidade de nanoinfiltração foi maior do que os outros materiais, com uma maior captação de nitrato de prata ocorrendo em toda camada híbrida. (setas brancas)

5.2 AVALIAÇÃO DA INTERFACE-RESINA ESMALTE

A maioria dos espécimes foram classificados com falhas adesivas (96,5%). Um baixo percentual de falhas coesivas (3,5%) em esmalte/resina foi observado para todos os adesivos e estratégias (Tabela 4).

Tabela 4: Número de espécimes (%) de acordo com o modo de fratura para todos os grupos experimentais.

Sistema Adesivo	Modo de aplicação	Padrão de fratura		
		C	AM	PF
Scotchbond Universal	CL	2 (7,1)	26 (92,9)	0 (0)
	AC	3 (10,7)	25 (89,3)	0 (0)
Gluma Bond Universal	CL	1 (3,6)	27 (96,4)	0 (0)
	AC	0 (0)	24 (85,7)	4 (14,3)
Solare Universal Bond	CL	0 (0)	28 (100)	0 (0)
	AC	0 (0)	27 (96,4)	1 (3,6)
Zipbond	CL	2 (7,1)	26 (92,9)	0 (0)
	AC	0 (0)	27 (100)	0 (0)

Abreviações: A/M, Adesiva/mista; C, coesiva; A, adesiva; FP, falha prematura. Modo de aplicação: CL; condicionamento e lavagem. AC; autocondicionante.

Em relação a resistência de união por microcislamento ao esmalte foi observada uma diferença significativa ($p = 0.01$; Tabela 5). Quanto ao adesivo, o SBU apresentou os maiores valores de resistência de união por microcislamento ao esmalte na estratégia AC ($p = 0,01$; Tabela 5) quando comparado com os outros adesivos. Para a estratégia CL, SUB apresentou os menores valores de resistência de união por microcislamento ao esmalte quando comparado aos outros adesivos ($p = 0,01$; Tabela 5).

Quanto ao grau de conversão, também foi observada uma diferença significativa ($p = 0,00001$; Tabela 5). Em relação ao adesivo, SBU e ZIP apresentaram os maiores valores de grau de conversão quando comparados com o GBU e SBU para ambas as estratégias ($p = 0,00001$; Tabela 5). Quanto a estratégia adesiva, para todos os adesivos, não foi observada diferença significativa nos valores de grau de conversão quando comparado CL e AC ($p > 0,05$; Tabela 5).

Em relação a NI, não foi observada diferença significativa nos valores de NI quando comparados CL e AC para todos os adesivos ($p = 0,05$; Tabela 4). Em geral,

os depósitos de nitrato de prata foram observados dentro da camada adesiva para GBU, SUB e ZIP em ambas as estratégias (Tabela 5).

Tabela 5: Médias e desvios padrões dos valores de resistência de união por microcisalhamento (MPa), grau de conversão (%) e nanoinfiltração (%) em esmalte para todos os grupos experimentais.

Adesivos	Estratégia	Resistência de união (MPa)	Grau de conversão (%)	Nanoinfiltração (%)
Scotchbond Universal	Condicionamento e lavagem	12.5 ± 1.1 A	49.4 ± 3.1 a	0.0 ± 0.0 ^A
	Autocondicionante	13.9 ± 1.5 A	49.7 ± 3.1 a	0.0 ± 0.0 ^A
Gluma Bond Universal	Condicionamento e lavagem	13.6 ± 1.8 A	36.3 ± 4.2 c	0.02 ± 0.04 ^A
	Autocondicionante	8.5 ± 1.6 B	33.2 ± 2.5 c,d	0.03 ± 0.02 ^A
Solare Universal Bond	Condicionamento e lavagem	7.8 ± 1.6 B	33.6 ± 2.9 c,d	0.02 ± 0.01 ^A
	Autocondicionante	6.1 ± 0.9 B	29.7 ± 5.9 d	0.03 ± 0.03 ^A
Zipbond Universal	Condicionamento e lavagem	11.4 ± 1.0 A	42.9 ± 3.5 b	0.04 ± 0.04 ^A
	Autocondicionante	5.9 ± 1.7 B	42.7 ± 3.0 b	0.08 ± 0.04 ^A

(*) Para cada teste, letras diferentes, maiúsculas ou minúsculas significam diferença estatisticamente significantes entre os grupos

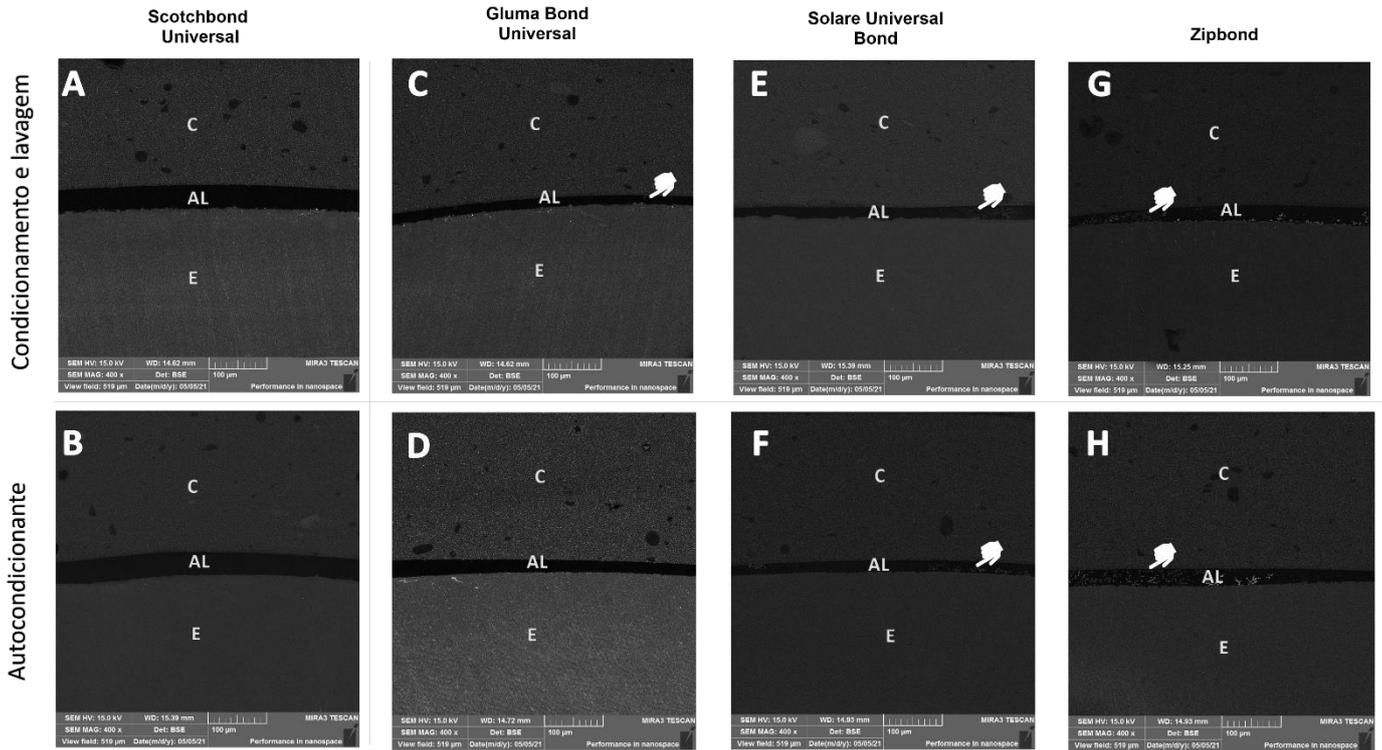


Figure 9: Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (1200X) para cada condição experimental. A quantidade de nanoinfiltração foi inexistente para Scotchbond Universal (A-B) e praticamente não ocorreu para Gluma Universal Bond (C-D). Para o Solare Universal Bond (EF) e Zipbond Universal (GH), a quantidade de nanoinfiltração foi maior do que para os demais materiais, com a maior captação de nitrato de prata ocorrendo em toda a camada adesiva, formando as chamadas "árvores de água".

7 DISCUSSÃO

Este estudo foi conduzido para investigar três diferentes sistemas adesivos universais (AU) contendo 10-MDP e sem HEMA em comparação com um AU contendo 10-MDP e HEMA, nas propriedades de adesão imediata ao esmalte e à dentina. Os achados mostraram que GBU e SUB, dois AUs sem HEMA, apresentaram desempenho adesivo inferior (μ TBS, GC e NI para dentina e GC para esmalte) quando comparados ao ZIP, um AU sem HEMA, bem como SBU, um AU contendo HEMA e padrão ouro em termos de adesivo universal, levando a rejeitar parcialmente todas as hipóteses nulas.

Conforme descrito anteriormente na seção de introdução, o HEMA é o monômero hidrofílico mais utilizado nos adesivos simplificados, principalmente pelo fato de permitir uma maior miscibilidade entre os diferentes componentes e, devido ao seu baixo peso molecular, permitindo uma maior difusão no substrato dentinário (Van Landuyt et al. ⁴ 2007). No entanto, devido à uma maior quantidade de sorção de água (Hosaka et al. ⁴² 2010; Takahashi et al. ⁴³ 2011), adesivos contendo HEMA são altamente suscetíveis à degradação hidrolítica (Breschi et al. ⁹ 2008; Van Landuyt et al. ¹⁰ 2008), levando a uma degradação mais pronunciada na interface adesiva quando comparado com adesivos sem HEMA (Shinoda et al. ⁴⁴ 2011; Torkabadi et al. ⁴⁵ 2008).

Além disso, evidências recentes mostraram que a interação entre HEMA e 10-MDP causa uma diminuição drástica da ligação química do 10-MDP (Yoshida et al. ⁷ 2012). Yoshida et al. (Yoshida et al. ⁷ 2012), avaliaram adesivos experimentais com diferentes concentrações de HEMA sob um pó de HAp, revelando que maior concentração de HEMA pode inibir a nanocamada na interface, devido à capacidade do HEMA de diminuir a desmineralização pelo 10-MDP (Fujita Nakajima et al. ⁶ 2018).

No entanto, resultados diferentes foram observados quando os AUs livres de HEMA foram comparados. Observou-se que, ZIP apresentou maior μ TBS e DC, bem como menor NI para dentina para ambas as estratégias quando comparado a GBU e SUB. Esses resultados heterogêneos para os diferentes AUs sem HEMA demonstram que outros fatores além da presença de HEMA devem ser levados em consideração ao escolher um AU.

Na verdade, uma visão mais aprofundada sobre as composições dos AUs sem HEMA mostrou algumas diferenças importantes. Enquanto ZIP é baseado em etanol, GBU e SUB são UAs à base de acetona. De acordo com o *Material safety data sheet* (MSDS) de cada fabricante, GBU e SUB contêm cerca de 25-50% de acetona, enquanto ZIP contém 30-35% de etanol (GC ⁴⁶ 2019; Group ⁴⁷ 2021; SDI ⁴⁸ 2020). A acetona é um solvente reconhecido por apresentar maior pressão de vapor em comparação com solventes como etanol e água (Van Landuyt et al. ⁸ 2005). Em contrapartida, a acetona tem uma rápida evaporação que acaba aumentando a concentração de monômeros, podendo não proporcionar um tempo suficiente para que os monômeros se infiltrem adequadamente na dentina, formando poros na interface adesiva fotopolimerizada (Sezinando et al. ⁴⁹ 2015; Luque-Martinez et al. ⁵⁰ 2014). Esses poros são observados como maiores valores de NI em dentina e esmalte para GBU e SUB quando comparado ao ZIP, de acordo com estudos anteriores (Sezinando et al. ⁴⁹ 2015).

Outro fator que ajuda a explicar esses resultados de NI mais elevados para GBU e SUB em comparação com ZIP é o pH. O pH dos *primers* autocondicionantes é um parâmetro utilizado para classificar esses materiais (Van Meerbeek et al. ² 2020). Enquanto GBU e SUB possuem um pH de 1,5 e pH 1,3 respectivamente, o pH do ZIP é 2,5 (GC ⁴⁶ 2019; Group ⁴⁷ 2021; SDI ⁴⁸ 2020). De acordo com Van Meerbeek et al., GBU e SUB são considerados como adesivos intermediários fortes, enquanto ZIP é considerado um AU ultra-suave. Foi demonstrado anteriormente que os adesivos intermediários fortes resultam em uma desmineralização mais profunda do esmalte e da dentina do que os adesivos suaves (Van Meerbeek et al. ² 2020). No entanto, quando os adesivos intermediários fortes são aplicados, zonas de dentina não infiltradas abaixo da camada híbrida apresentam uma desmineralização parcial devido a uma diferença de profundidade de penetração e de desmineralização (Carvalho et al. ²⁸ 2005; Wang e Spencer ⁵¹ 2005). O mesmo fenômeno foi observado anteriormente para os adesivos universais (Sezinando et al. ⁴⁹ 2015). Essas regiões de penetração incompleta de monômeros, são demonstradas pela infiltração de nitrato de prata, o que leva a uma maior quantidade de nanoinfiltração para GBU e SUB quando comparados ao ZIP.

Além disso, essas regiões de nanoinfiltração provavelmente representam áreas de conversão abaixo do ideal dentro da matriz polimérica devido à remoção

incompleta do solvente (Tay et al. ⁵² 2005). Podemos observar que GBU e SUB apresentaram menores valores de grau de conversão em esmalte e dentina quando comparados com ZIP. Os maiores valores de nanoinfiltração associados ao menor grau de conversão para GBU e SUB impactam significativamente nos resultados de resistência de união à interface adesivo-dentina, quando comparados ao ZIP, conforme observado anteriormente na literatura (Sezinando et al. ⁴⁹ 2015; Jacker-Guhr et al. ⁵³ 2019; Ahmed et al. ⁵⁴ 2020).

Apesar dessas diferenças na composição dos AUs sem HEMA avaliados no presente estudo, não foi observada diferença significativa nos resultados de resistência de união à interface adesivo-esmalte quando os AUs intermediários fortes (GBU e SUB) foram comparados aos adesivos ultra-suaves (ZIP), principalmente quando a estratégia autocondicionante foi aplicada. Apesar da dificuldade dos AUs intermediários fortes em infiltrar monômeros de resina em toda a área desmineralizada, no esmalte o pH mais baixo desses AUs parecem ajudar na obtenção de uma resistência de união favorável ao esmalte (Loguercio et al. ¹³ 2015; Hirokane et al. ⁵⁵ 2021; Nagura et al. ⁵⁶ 2019).

Curiosamente, todos os AUs sem HEMA apresentaram pequena quantidade de NI na interface adesivo-esmalte. Enquanto na dentina, a captação de nitrato de prata foi observada nas zonas não infiltradas (nanoinfiltração clássica), no esmalte, a nanoinfiltração foi observada dentro da camada adesiva, no fenômeno conhecido como *water trees* (Tay et al. ⁵² 2005). Estas estão relacionadas à presença de gotículas de água na camada adesiva, que indicam o fenômeno de separação de fases, em que os monômeros adesivos se separam da água após a evaporação do etanol ou da acetona (Van Landuyt et al. ⁸ 2005). Na verdade, adesivos sem HEMA são altamente propensos à separação de fases na interface (Van Landuyt et al. ¹⁰ 2008), o que pode ser o fator limitante para o melhor desempenho desses materiais. No entanto, conforme demonstrado pela análise estatística, não foi observada diferença significativa quando os AU livres de HEMA foram comparados com os AU contendo HEMA. Provavelmente no presente estudo, uma forte secagem com ar na etapa de evaporação pode explicar a menor quantidade de absorção de nitrato de prata observada no substrato de esmalte (Van Landuyt et al. ⁸ 2005).

De acordo com os resultados observados neste estudo, apenas um AU sem HEMA (ZIP) apresentou resultados mais próximos ao grupo controle (SBU), principalmente relacionado aos valores de nanoinfiltração em esmalte e dentina na estratégia de condicionamento e lavagem. Esses resultados semelhantes ao SBU são esperados desde que o adesivo ZIP é um AU ultras-suave a base de etanol, conforme observado anteriormente por Fu et al. (Fu et al. ⁵⁷ 2020).

No entanto, também foram observadas algumas diferenças interessantes. Por exemplo, ZIP mostrou menor GC nos substratos dentina e esmalte do que SBU para ambas as estratégias adesivas. A maior quantidade de solvente no ZIP (30-35%) quando comparado ao SBU (10-15%) pode ter contribuído para essa diminuição do grau de conversão. Esta maior quantidade de solvente é difícil de evaporar completamente, mesmo quando aplicado por mais tempo, conforme descrito nas instruções de aplicação do ZIP em comparação com as instruções do SBU. Apesar de a presença do solvente não interferir nos valores de NI, teve grande impacto no grau de conversão, como observado no presente estudo.

Além disso, diferenças quanto à resistência de união à dentina e esmalte quando comparado ZIP com SBU, principalmente na estratégia autocondicionante, o SBU apresentou melhores resultados que o ZIP. A presença de um segundo monômero com potencial de ligação química no primeiro pode ajudar a explicar essas diferenças. Segundo os fabricantes, além do 10-MDP, o SBU contém um copolímero de ácido polialquênico modificado com metacrilato, que melhora a ligação química ao cálcio da hidroxiapatita (Sezinando et al. ⁵⁸ 2016). Observe que, quando o ZIP e o SBU foram usados na estratégia de condicionamento e lavagem, não foi observada diferença significativa entre eles. A desmineralização criada pelo ácido fosfórico parece ter deixado o papel do copolímero em segundo plano.

Juntando todas as propriedades adesivas, os resultados mostraram que são dependentes do material, principalmente porque os adesivos universais sem HEMA são um grupo heterogêneo de AUs. No entanto, o fator mais importante para a remoção do HEMA, que é a diminuição da degradação da interface adesiva, não deve ser negligenciado. Portanto, futuras avaliações de adesão a longo prazo ao esmalte e dentina precisam ser feitas para avaliar o comportamento de adesivos universais sem HEMA, em comparação com adesivos contendo HEMA.

7. CONCLUSÃO

O desempenho imediato de adesivos universais comerciais contendo 10-MDP e sem HEMA em esmalte e dentina foi muito variado. O clínico deve levar em consideração outros fatores, como pH e tipo de solvente, quando decidir escolher um adesivo universal contendo 10-MDP e sem de HEMA.

REFERÊNCIAS

1. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2011; Jan;27(1):17-28.
2. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *The journal of adhesive dentistry*. 2020;22(1):7-34.
3. Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigão J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *Journal of biomedical materials research Part B, Applied biomaterials*. 2019; Aug;107(6):2121-31.
4. 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.
5. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *Journal of dental research*. 2004; Jun;83(6):454-8.
6. Fujita Nakajima K, Nikaido T, Francis Burrow M, Iwasaki T, Tanimoto Y, Hirayama S, et al. Effect of the demineralisation efficacy of MDP utilized on the bonding performance of MDP-based all-in-one adhesives. *Journal of dentistry*. 2018; Oct;77:59-65.
7. Yoshida Y, Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Matsumoto T, et al. HEMA inhibits interfacial nano-layering of the functional monomer MDP. *Journal of dental research*. 2012; Nov;91(11):1060-5.
8. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *Journal of dental research*. 2005; Feb;84(2):183-8.
9. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008; Jan;24(1):90-101.
10. Van Landuyt KL, Snauwaert J, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2008; Oct;24(10):1412-9.
11. Bacelar-Sá R, Giannini M, Ambrosano GMB, Bedran-Russo AK. Dentin Sealing and Bond Strength Evaluation of Hema-Free and Multi-Mode Adhesives to Biomodified Dentin. *Brazilian dental journal*. 2017; Nov-Dec;28(6):731-7.
12. da Silva TSP, de Castro RF, Magno MB, Maia LC, Silva ESMHDJ. Do HEMA-free adhesive systems have better clinical performance than HEMA-containing systems in

noncarious cervical lesions? A systematic review and meta-analysis. *Journal of dentistry*. 2018; Jul;74:1-14.

13. Loguercio AD, Muñoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A, Perdigão J. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *Journal of dentistry*. 2015; Sep;43(9):1060-70.

14. Reis A, Loguercio AD. *Materiais dentários diretos: dos fundamentos à aplicação clínica*: Santos: 2007.

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

16. Mm J, Nk B, A P. Minimal intervention dentistry - a new frontier in clinical dentistry. *Journal of clinical and diagnostic research : JCDR*. 2014; Jul;8(7):Ze04-8.

17. Anusavice KJ. *Phillips materiais dentários*: Elsevier Brasil: 2013.

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

19. 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.

20. Lopes GC, Baratieri LN, de Andrada MA, Vieira LC. Dental adhesion: present state of the art and future perspectives. *Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)*. 2002; Mar;33(3):213-24.

21. Swift EJ, Jr., Perdigão J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence international (Berlin, Germany : 1985)*. 1995; Feb;26(2):95-110.

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

23. de Souza Silva EO, Beltrani FC, Shibayama R, Contreras EFR, Hoepfner MGJAdCdSdU. *Sistemas adesivos: conceito, aplicação e efetividade*. 2010;14(1).

24. Spencer P, Wang Y, Walker MP, Wieliczka DM, Swafford JR. Interfacial chemistry of the dentin/adhesive bond. *Journal of dental research*. 2000; Jul;79(7):1458-63.

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

26. Wang Y, Spencer P, Yao X. Micro-Raman imaging analysis of monomer/mineral distribution in intertubular region of adhesive/dentin interfaces. *Journal of biomedical optics*. 2006; Mar-Apr;11(2):024005.

- 27.Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Analysis of the dentin-resin interface by use of laser Raman spectroscopy. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2002; Dec;18(8):576-80.
- 28.Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials*. 2005; Mar;26(9):1035-42.
- 29.Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomaterials*. 2005; Nov;26(33):6449-59.
- 30.Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *Journal of dentistry*. 2002; Sep-Nov;30(7-8):371-82.
- 31.Muñoz 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. *Operative dentistry*. 2015; May-Jun;40(3):282-92.
- 32.Marchesi G, Frassetto A, Mazzoni A, Apolonio F, Diolosà M, Cadenaro M, et al. Adhesive performance of a multi-mode adhesive system: 1-year in vitro study. *Journal of dentistry*. 2014; May;42(5):603-12.
- 33.Mena-Serrano A, Kose C, De Paula EA, Tay LY, Reis A, Loguercio AD, et al. A new universal simplified adhesive: 6-month clinical evaluation. *Journal of esthetic and restorative dentistry : official publication of the American Academy of Esthetic Dentistry [et al]*. 2013; Feb;25(1):55-69.
- 34.Kenshima S, Reis A, Uceda-Gomez N, Tancredo Lde L, Filho LE, Nogueira FN, et al. Effect of smear layer thickness and pH of self-etching adhesive systems on the bond strength and gap formation to dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2005; Summer;7(2):117-26.
- 35.Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Luque-Martinez IV, Staichak R, Reis A, et al. Immediate adhesive properties to dentin and enamel of a universal adhesive associated with a hydrophobic resin coat. *Operative dentistry*. 2014; Sep-Oct;39(5):489-99.
- 36.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.
- 37.McLean DE, Meyers EJ, Guillory VL, Vandewalle KS. Enamel Bond Strength of New Universal Adhesive Bonding Agents. *Operative dentistry*. 2015; Jul-Aug;40(4):410-7.
- 38.Farsai PS. Although HEMA-Containing Dental Adhesive Systems Have High Hydrophilic Characteristics, Their Clinical Performance Is Similar to HEMA-Free Dental Adhesive Systems for Noncarious Cervical Lesions. *The journal of evidence-based dental practice*. 2018; Dec;18(4):336-8.

39. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials. 2017; Feb;33(2):133-43.
40. Siqueira FSF, Armas-Vega A, Izquierdo-Bucheli A, Pinto TF, Hanzen TA, Bauer J, et al. Does the Conditioning Mode and Duration of Universal Adhesives Affect the Bonding Effectiveness to Fluorotic Enamel? The journal of adhesive dentistry. 2019;21(6):525-36.
41. Hass V, Cardenas A, Siqueira F, Pacheco RR, Zago P, Silva DO, et al. Bonding Performance of Universal Adhesive Systems Applied in Etch-and-Rinse and Self-Etch Strategies on Natural Dentin Caries. Operative dentistry. 2019; Sep/Oct;44(5):510-20.
42. 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.
43. Takahashi M, Nakajima M, Hosaka K, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. Long-term evaluation of water sorption and ultimate tensile strength of HEMA-containing/-free one-step self-etch adhesives. Journal of dentistry. 2011; Jul;39(7):506-12.
44. Shinoda Y, Nakajima M, Hosaka K, Otsuki M, Foxton RM, Tagami J. Effect of smear layer characteristics on dentin bonding durability of HEMA-free and HEMA-containing one-step self-etch adhesives. Dental materials journal. 2011;30(4):501-10.
45. Torkabadi S, Nakajima M, Ikeda M, Foxton RM, Tagami J. Bonding durability of HEMA-free and HEMA-containing one-step adhesives to dentine surrounded by bonded enamel. Journal of dentistry. 2008; Jan;36(1):80-6.
46. GC ADPL. Safety Data Sheet according to WHS Regulations: Solare Universal Bond. 2019; Available from: [https://www.adamdental.com.au/Documents/Brand%20Management/GC/MSDS%20Sheets/MSDS%20GC_Solare_Universal_Bond\[AU_v5\].pdf](https://www.adamdental.com.au/Documents/Brand%20Management/GC/MSDS%20Sheets/MSDS%20GC_Solare_Universal_Bond[AU_v5].pdf)
47. Group KMC. Safety Data Sheet: iBOND® Universal. 2021; Available from: [https://msds.kulzer.com/msds/MSDS40784 - iBond Universal \(USA\) 4.pdf](https://msds.kulzer.com/msds/MSDS40784 - iBond Universal (USA) 4.pdf)
48. SDI L. Safety Data Sheet according to WHS and ADG requirements: ZipBond Universal - dental adhesive. 2020 [cited 2021; Available from: https://www.sdi.com.au/pdfs/sds/au/zipbond%20universal%20adhesive_sdi_sds_au.pdf
49. Sezinando A, Luque-Martinez I, Muñoz MA, Reis A, Loguercio AD, Perdigão J. Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives. Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials. 2015; Oct;31(10):e236-46.

50. Luque-Martinez IV, Perdigão J, Muñoz MA, Sezinando A, Reis A, Loguercio AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*. 2014; Oct;30(10):1126-35.
51. Wang Y, Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. *Journal of dental research*. 2005; Apr;84(4):350-4.
52. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--dèjà vu? *Operative dentistry*. 2005; Sep-Oct;30(5):561-79.
53. Jacker-Guhr S, Sander J, Luehrs AK. How "Universal" is Adhesion? Shear Bond Strength of Multi-mode Adhesives to Enamel and Dentin. *The journal of adhesive dentistry*. 2019;21(1):87-95.
54. Ahmed MH, Yao C, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. Extra Bonding Layer Compensates Universal Adhesive's Thin Film Thickness. *The journal of adhesive dentistry*. 2020;22(5):483-501.
55. Hirokane E, Takamizawa T, Kasahara Y, Ishii R, Tsujimoto A, Barkmeier WW, et al. Effect of double-layer application on the early enamel bond strength of universal adhesives. *Clinical oral investigations*. 2021; Mar;25(3):907-21.
56. Nagura Y, Tsujimoto A, Fischer NG, Baruth AG, Barkmeier WW, Takamizawa T, et al. Effect of Reduced Universal Adhesive Application Time on Enamel Bond Fatigue and Surface Morphology. *Operative dentistry*. 2019; Jan/Feb;44(1):42-53.
57. Fu C, Deng S, Koneski I, Awad MM, Akram Z, Matinlinna J, et al. Multiscale in-vitro analysis of photo-activated riboflavin incorporated in an experimental universal adhesive. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*. 2020; Dec;112:104082.
58. Sezinando A, Serrano ML, Pérez VM, Muñoz RA, Ceballos L, Perdigão J. Chemical Adhesion of Polyalkenoate-based Adhesives to Hydroxyapatite. *The journal of adhesive dentistry*. 2016;18(3):257-65.

ANEXO A

**APROVAÇÃO DO PROJETO PELA COMISSÃO DE ÉTICA E PESQUISA DA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Influência do monômero 2-hidroxoetil-metacrilato em sistemas adesivos universais com 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato nas propriedades adesivas a longo prazo

Pesquisador: Alessandro Dourado Loguercio

Área Temática:

Versão: 3

CAAE: 40764020.0.0000.0105

Instituição Proponente: Universidade Estadual de Ponta Grossa

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: [4.650.921](#)

Apresentação do Projeto:

Influência do monômero 2-hidroxoetil-metacrilato em sistemas adesivos universais com 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato nas propriedades adesivas a longo prazo.

As informações elencadas nos campos "Apresentação do Projeto", "Objetivos da Pesquisa" e "Avaliação dos Riscos e Benefícios" foram retiradas do arquivo Informações Básicas da Pesquisa

PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1659102, de 03/12/2020. Estudo laboratorial de superioridade, a ser realizado nos laboratórios da Universidade Estadual de Ponta Grossa, onde cento e vinte molares hígidos

obtidos através do Banco de dentes via documentação específica, serão divididos para testes em dentina (n=72) e esmalte (n=48), e ambos

divididos em 8 grupos experimentais de acordo com modo de aplicação Convencional [C] ou

Autocondicionante [AC] para os seguintes sistemas

adesivos: 1) Scotchbond Universal [3M Oral Care] 2) GLUMA Bond Universal [Kulzer]; 3) Solare Universal

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

Bairro: Uvaranas **CEP:** 84.030-900

UF: PR **Município:** PONTA GROSSA

Telefone: (42)3220-3282

E-mail: propessecretaria@uepg.br

Continuação do Parecer: 4.650.921

Bond [GC] e; 4) Zipbond [SDI]. Para o teste de adesão a dentina, os dentes serão restaurados e seccionados em forma de palitos de resina dentina e testados sob resistência de união e nanoinfiltração imediatamente e após 1 ano de armazenamento em água. Para o teste de adesão ao esmalte, após restaurados os dentes serão testados da mesma forma. O teste de interação química será realizado através de difratografia de raio-x (XRD) utilizando partículas de HAp sintetizadas e em interação com os adesivos em estudo por 2 diferentes tempos, 5 e 30 minutos. Todos os dados serão tabulados e submetidos a análise estatística.

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Avaliar "in vitro" o efeito da presença do HEMA em sistemas adesivos universais com 10-MDP nas propriedades adesivas ao esmalte e dentina ao longo do tempo.

Objetivo Secundário:

I. Avaliar a efetividade de adesivos universais com e sem HEMA/10-MDP na resistência de união ao esmalte e dentina no tempo imediato e após 1 ano de armazenamento através de teste de microtração. II. Avaliar a efetividade de adesivos universais com e sem HEMA/10-MDP na nanoinfiltração ao esmalte e dentina no tempo imediato e após 1 ano de armazenamento por microscopia eletrônica de varredura (MEV). III.

Avaliar o grau de conversão de sistemas adesivos universais com e sem HEMA/10-MDP ao esmalte e dentina através de espectroscopia por MicroRaman no tempo imediato; IV. Avaliar a efetividade de adesivos universais com e sem HEMA/10-MDP na adesão química a hidroxiapatita através de difratografia de raio-X após 5 e 30 min.

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

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



Continuação do Parecer: 4.650.921

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

Não haverá riscos potenciais para os pesquisadores, pois serão utilizados nessa pesquisa experimental os EPIs (Equipamentos de Proteção

Individual), como luvas, máscaras, gorro, jaleco e óculos de proteção pelos mesmos, de acordo com a Resolução CEPE/UEPG n.057; além do uso

de instrumentais clínicos e laboratoriais esterilizados.

Os benefícios para a ciência serão o possível esclarecimento da influência do HEMA sobre a capacidade do 10-MDP em promover a adesão

química quando presentes em sistemas adesivos universais.

Representa uma contribuição científica na área de Materiais dentários.

Benefícios:

Esclarecimento e conhecimento em relação ao resultado da remoção do HEMA de sistemas adesivos universais

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Sistemas adesivos universais trouxeram consigo uma maior autonomia durante o protocolo adesivo, possibilitando a escolha da técnica que melhor

se aplique de acordo com o caso. Contudo, a busca pela simplificação e por melhores propriedades adesivas levaram a incorporação de muitos

componentes em um mesmo frasco. Dentre esses, uma interação negativa entre o 2-hidroxi-etil-metacrilato (HEMA) e 10-metacrilatoiloxidecil

dihidrogenofosfato tem sido relatada, onde o primeiro inibe parcialmente a interação química à hidroxiapatita (HAp) promovida pelo 10-MDP, o que

poderia resultar em diminuição das propriedades adesivas a longo prazo. Sendo assim, o objetivo desse estudo será avaliar o efeito da presença do

HEMA em sistemas adesivos universais com 10-MDP nas propriedades adesivas imediatas e após 1 ano de armazenamento em água. Cento e vinte

molares hígidos serão divididos para testes em dentina (n=72) e esmalte (n=48), e ambos divididos

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

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



Continuação do Parecer: 4.650.921

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_1659102.pdf	14/04/2021 13:57:57		Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	Projetodepesquisa.pdf	14/04/2021 13:57:32	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Outros	curriculo.pdf	17/03/2021 22:27:52	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Outros	DeclaracaoBancoDeDentes.pdf	03/12/2020 13:43:52	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Outros	TermoDeCompromisso.pdf	03/12/2020 13:43:04	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Declaração de Pesquisadores	DeclaracaoUsoDelmagem.pdf	03/12/2020 13:41:53	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Folha de Rosto	FolhaDeRosto.pdf	03/12/2020 13:32:25	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PONTA GROSSA, 14 de Abril de 2021

Assinado por:
ULISSES COELHO
(Coordenador(a))

Endereço: Av. Gen. Carlos Cavalcanti, nº 4748. UEPG, Campus Uvaranas, Bloco da Reitoria, sala 22
Bairro: Uvaranas **CEP:** 84.030-900
UF: PR **Município:** PONTA GROSSA