



**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA – UNB**

**FACULDADE DE CIÊNCIAS DA SAÚDE – FS**

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA - PPGODT**

Dissertação de Mestrado

**Avaliação da resistência de união da interface adesiva com o uso de técnicas  
de secagem/sucção dos sistemas adesivos**

**Patrícia Ferronato Araújo**

Brasília, 22 de novembro de 2021

**Patrícia Ferronato Araújo**

**Avaliação da resistência de união da interface adesiva com o uso de técnicas de secagem/sucção dos sistemas adesivos**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília, como requisito parcial à obtenção do título de Mestre em Odontologia.

Orientadora: Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia

Coorientadora: Profa. Dra. Patrícia Nóbrega Pereira

Brasília, 2021

**Patrícia Ferronato Araújo**

**Avaliação da resistência de união da interface adesiva com o uso de técnicas de secagem/sucção dos sistemas adesivos**

Dissertação aprovada, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Odontologia, Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília

Data da defesa: 22/11/2021

Banca examinadora:

---

Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia (Orientadora)

---

Prof. Dr Antonio Setsuo Sakamoto Júnior

---

Prof. Dr. Leonardo Fernandes da Cunha

---

Prof. Dr. Celso de Freitas Pedrosa Filho (Suplente)

*Aos meus pais, **Sirlei e Marcílio**,  
por abdicarem de tantas coisas em prol da educação das suas filhas, pelo  
amor incondicional, carinho, dedicação, por serem meus exemplos, porto seguro e  
me ensinarem que só se conquista algo com muita dedicação, responsabilidade e  
paciência. Amo vocês e sou eternamente grata!*

*Ao meu companheiro de todos os momentos, meu amor, **Gabriel**,  
pelo carinho, parceria, paciência, por me acalmar em meus momentos de  
desesperos e ansiedade - que não foram poucos. Por sempre me ajudar -  
absurdamente, não só neste trabalho, mas me ajudar a ser melhor a cada dia e ir  
em busca dos meus sonhos pelo mundo. Te amo e obrigada!*

*À minha irmã, **Leticia**,  
minha melhor amiga, corajosa, companheira de muitos momentos especiais,  
minha grande incentivadora: meu orgulho!*

*À minha avó, **Dona Therezinha**,  
Este trabalho dedico a você também, que sempre me motiva a estudar.  
Segue este presente para nosso aniversário!*

**Vocês são minhas fontes inesgotáveis de inspiração. Amo vocês!**

## AGRADECIMENTOS

Ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade de Brasília pelo acolhimento, apoio e incentivo à ciência.

Aos pacientes que colaboraram com material biológico utilizado na pesquisa. E aos dentistas que fizeram as extrações em clínicas do DF.

Ao pessoal do Departamento de Biologia-UnB, por contribuírem nas leituras e metalização da minha amostras, pela disponibilidade e atenção. Obrigada Karine e Profa. Sônia.

Ao pessoal do Departamento de Farmácia-UnB, por disponibilizarem os microscópios sempre que necessitei.

Às Universidades Públicas de alta qualidade que frequentei durante a minha trajetória. Tenho maior orgulho, carinho e respeito por estas: UFPR e UnB.

À Prof Fernanda pela amizade, pela parceria de trabalho, por ter confiado na minha capacidade e ter me dado tantas oportunidades em palestras, aulas, clínicas. Obrigada por toda a paciência e dedicação com a minha formação, por tudo que me ensina e me ensinou. Obrigada por me guiar em busca do conhecimento e aprendizado.

Às professoras Ana Paula e Patrícia Pereira. Obrigada pelas valiosas contribuições para a realização deste trabalho.

À tia Isaura Prado pelo carinho, incentivo e disponibilidade em me ajudar com sugestões valiosas neste trabalho. Muito obrigada.

À aluna da graduação e de Pibic, minha amiga Jéssica Ishii. Ao seu empenho e dedicação. Foi muito bom ter sua ajuda, formamos uma dupla dinâmica. Obrigada pela ajuda no laboratório para realização deste e outros trabalhos. Torço muito pelo seu sucesso.

À Rafinha Cortês, minha querida amiga companheira de mestrado e trabalho. Obrigada pela ajuda constante pelo carinho e amizade. Seguimos juntas nos incentivando e motivando.

À Brenda, minha amiga salvadorenha e companheira de laboratório em plena pandemia. Em meio as incertezas malucas dos anos que passamos foi ótimo ter sua ajuda de maneira leve, divertida. Voy intentar habla mejor, Gracias por las ayudas!

À Ana Carolina, minha amiga do mestrado. Foi a primeira colega que conheci quando cheguei na UnB. Deus coloca as pessoas certas em nossos caminhos. Obrigada pela amizade, carinho e confiança.

Ao Prof. Leandro pela ajuda na etapa laboratorial deste trabalho e amizade. Pela dedicação com nosso PPGODT e com o patrimônio dos nossos laboratórios. Seus ensinamentos e suas aulas são exemplos para mim.

Ao Prof. Lucas Tabata, outro professor e amigo que quero levar de exemplo. Pois uma odontologia de muita qualidade pode ser feita e cobrada de uma maneira leve. Seja na produção de materiais didáticos, orientação de apresentações e até nos bate-papos sobre expectativas para o futuro. Continue passando seu conhecimento desta forma leve, seus alunos são privilegiados.

Aos queridos professores e grandes exemplos que conheci na UnB: Liliana, Cristine, Eliana, Leo Cunha, Newton, Soraya, Naylê, Tien.

Aos colegas e amigos do mestrado que quero levar para vida (Fabíola, Samantha, Rafaella Cristhina, Athaydes, Denise, Sinthya)

Aos professores do IPO e colegas de trabalho. Prof. João Palmieri e querida equipe. Minha querida “tia” Lúcia e “tio” Roger, Raíssa, Chica, Val, Natasha, Edna, Jéssica, Renata, Vítor e Thiago. Todos sempre em busca de uma Odontologia com o máximo respeito aos pacientes e a pesquisa científica. Uma odontologia de alto nível só é possível se tiver equipe dedicada. Sou grata pelo acolhimento e carinho.

E a todos que contribuíram de forma direta ou não para que eu pudesse concretizar este meu sonho. Meus amigos que são fundamentais na minha vida.

O meu sincero agradecimento!

*“Feliz aquele que  
transfere o que sabe  
e aprende o que ensina”  
Cora Coralina (1889-1985)*

## RESUMO

A técnica de aplicação do sistema adesivo é uma etapa crucial para determinar o sucesso e a longevidade do procedimento restaurador, sendo que geralmente a remoção dos excessos de adesivo é realizada por jato de ar, porém não existe um método mais eficaz comprovado na literatura. Dessa forma, o objetivo do presente trabalho foi avaliar *in vitro* a resistência de união (RU) à dentina, após diferentes protocolos de remoção dos excessos de sistemas adesivos convencionais de 3 passos (Optibond FL, Kerr - OPT); autocondicionante de 2 passos (Clearfil SE Bond, Kuraray- CSE) e um sistema universal (Single Bond Universal, 3M/ESPE- SBU). A hipótese nula é que não haveria diferença no valor da RU à dentina, imediata 24h, entre os métodos de remoção do excesso nos sistemas adesivos. Materiais e métodos: Dentes terceiros molares humanos extraídos tiveram a superfície dentinária exposta, smear layer padronizada e foram hibridizados de acordo com diferentes técnicas de remoção dos excessos de primer; primer/adesivo e adesivo através de: Grupo 1 - (Controle) Jato de ar, no primer e bond; Grupo 2 - Cânula de aspiração, no primer e bond; Grupo 3 - Jato de ar + Cânula de aspiração simultaneamente, no primer e bond; Grupo 4 - Jato de ar, no primer e Cânula de aspiração, no bond. Na sequência restaurados, de forma incremental, com resina composta (Z100 - 3M ESPE) até 5 mm de altura. As amostras foram armazenadas em água destilada a 37°C por 24h. Após esse período, seccionadas em palitos com dimensão média de 1 mm<sup>2</sup> e submetidos ao teste de RU à microtração ( $\mu$ TBS) a uma velocidade de 0,05mm/min. O padrão de fratura e a morfologia das interfaces adesivas foram avaliados por meio de microscópio óptico e microscopia eletrônica de varredura (MEV) respectivamente. Os dados paramétricos de RU foram submetidos aos testes ANOVA a 1 critério e teste de Tukey para avaliar a possível diferença estatística entre os grupos experimentais, com nível de significância de 0,05. Resultados: Para sistema adesivo OPT não houve diferença estatística entre os grupos experimentais ( $p < 0,05$ ). Nos outros dois sistemas, CSE e SBU, os grupos experimentais 1 e 3 apresentaram maior resistência de união significativamente estatística ( $p > 0,05$ ) e não diferiram entre si. Conclusão: Isto sugere que utilizar estratégias adicionais de secagem/sucção na remoção dos excessos de sistemas adesivos CSE e SBU parece ser benéfica na RU imediata à dentina.

**Palavras-Chave:** adesivos dentinários; dentina; microscopia eletrônica de varredura; resina composta; resistência à tração

## ABSTRACT

The adhesive system application is a crucial step to determine the success and longevity of the restorative procedure. Usually, the removal of excess adhesive is carried out by jet of air, but there is not the best method proven in the literature. Thus, the objective of the present work was to evaluate in vitro bond strength (RU) to dentin, after different protocols for removing excesses from conventional 3-step adhesive systems (Optibond FL, Kerr - OPT); 2-step self-etching (Clearfil SE Bond, Kuraray-CSE) and a universal system (Single Bond Universal, 3M/ESPE- SBU). The null hypothesis is that there would be no difference in the value of RU to dentin, immediately 24h, between the excess removal methods in adhesive systems. Materials and methods: Extracted human third molar teeth had the dentin surface exposed, standardized smear layer and were hybridized according to different techniques for removing excess primer; primer/adhesive and adhesive through Group 1 - (Control) Gentle jet of air on primer and on bond; Group 2 - Suction tip on primer, and bond; Group 3 - Jet of air + Suction tip simultaneously on primer and bond; Group 4 - Jet of air on the primer and Suction tip on the bond. Subsequently, incrementally restored with composite resin (Z100 - 3M ESPE) up to 5 mm in height. The samples were stored in distilled water at 37°C for 24h. After this period, they were sectioned into sticks with an average dimension of 1 mm<sup>2</sup> and submitted to the RU test by microtensile ( $\mu$ TBS) at a speed of 0.05mm/min. The fracture pattern and the morphology of the adhesive interfaces were evaluated using an optical microscope and scanning electron microscopy (SEM), respectively. RU parametric data were submitted to 1-way ANOVA and Tukey's test to assess the possible statistical difference between the experimental groups, with a significance level of 0.05. Results: There was no statistical difference between the OPT experimental groups ( $p < 0.05$ ). In the other two systems, CSE and SBU, experimental groups 1 and 3 showed statistically significantly higher bond strength ( $p > 0.05$ ) and did not differ from each other. Conclusion: This suggests that using additional drying/suction strategies to remove excess CSE and SBU adhesive systems appears beneficial in RU immediate to dentin.

**Keywords:** dentin-bonding agents; dentin; microscopy, electron, scanning; composite resin; bond strength

## LISTA ILUSTRAÇÕES

Figura 1: Preparo da superfície dos dentes selecionados. ....	23
Figura 2: Estratégias de aplicação e remoção dos excessos do sistema adesivo Optibond FL (OPT).....	26
Figura 3: Estratégias de aplicação e remoção dos excessos do sistema adesivo Clearfill SE (CSE).....	28
Figura 4: Estratégias de aplicação e remoção dos excessos do sistema adesivo Single Bond Universal (SBU) .....	29
Figura 5: Restauração dos dentes após estratégias de hibridização dos grupos experimentais .....	31
Figura 6: Representação do corte das amostras para o obtenção dos palitos.....	33
Figura 7: Representação da sequência para o teste de microtração.....	35
Figura 8: Histograma representando a distribuição dos dados de RU para o adesivo OPT .....	38
Figura 9: Gráfico do tipo box-plot representado os valores de Ru (MPa) dos grupos experimentais do OPT .....	39
Figura 10: Histograma representando a distribuição dos dados de RU para o adesivo CSE .....	40
Figura 11: Gráfico do tipo box-plot representado os valores de RU (MPa) dos grupos experimentais do adesivo CSE .....	41
Figura 12: Histograma representando a distribuição dos dados de RU (MPa) para o adesivo SBU.....	42
Figura 13: Gráfico do tipo box-plot representado os valores de RU (MPa) dos grupos experimentais do adesivo SBU .....	43
Figura 14: Modo de fratura dos espécimes após ensaio de microtração e classificação das fraturas .....	44
Figura 15: Porcentagem (%) dos padrões de fratura dos espécimes analisados estatisticamente .....	45
Figura 16: OPT-G1 Fratura adesiva.....	46
Figura 17: OPT-G2 Fratura mista.....	46
Figura 18: OPT-G3 Fratura mista.....	47

Figura 19: OPT-G4 Fratura coesiva em resina..	47
Figura 20: Morfologia da interface dentina(D)-adesivo(A)-resina(R) do grupo OPT-G3 em aumento de 1000x.....	47
Figura 21: CSE-G1 Fratura mista.....	48
Figura 22: CSE -G2 Fratura mista.....	48
Figura 23: CSE-G3 Fratura mista.....	48
Figura 24: CSE-G4 Fratura mista.....	49
Figura 25: Morfologia da interface dentina(D)-adesivo(A)-resina(R) do grupo CSE-G1 em aumento de 1000x.....	49
Figura 26: SBU -G1 – Fratura predominantemente adesiva.....	50
Figura 27: SBU-G2 Fratura mista.....	50
Figura 28: SBU-G3 Fratura adesiva.....	50
Figura 29: Morfologia da interface dentina(D)-adesivo(A)-resina(R) do grupo SBU-G2 em aumento de 1000x.....	51

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Sistemas adesivos selecionados e protocolo de aplicação segundo os fabricantes.....	24
Tabela 2 - Grupos experimentais realizados no estudo.....	25
Tabela 3 - Materiais utilizados para o estudo, fabricantes, lotes e composições .....	32
Tabela 4 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência de união (MPa) do adesivo Optibond FL obtidos pelo teste de microtração. ....	39
Tabela 5 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência de união (MPa) do adesivo Clearfil SE obtidos pelo teste de microtração .....	41
Tabela 6 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência de união (MPa) do adesivo SB Universal obtidos pelo teste de microtração .....	43
Tabela 7- Análise da distribuição dos padrão de fratura, em número e porcentagem, das amostras incluídas na estatística de cada grupo experimental.....	45

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

OPT – Sistema adesivo Optibond FL (convencional de 3 passos)

CSE – Sistema adesivo Clearfill Se Bond (autocondicionante de 2 passos)

SBU – Sistema adesivo Single Bond Universal (sistema multimodo universal)

MEV – Microscopia Eletrônica de Varredura

RU – Resistência de União

$\mu$ SBS – Resistência de união ao microcisalhamento

$\mu$ TBS – Resistência de união à microtração

E&R – Condicione e lave (convencional)

AC – Autocondicionante

AU – Adesivos universais (multimodo)

pH – Potencial hidrogeniônico

PFT – Falha pré-teste

CD – Fratura Coesiva em Dentina

CR – Fratura Coesiva em Resina

AD – Fratura Adesiva

M – Fratura Mista

cm – centímetro (Unidade de comprimento)

mm – milímetro (Unidade de comprimento)

$\mu$ m – micrômetro (Unidade de comprimento)

nm – nanômetro (Unidade de comprimento)

mm<sup>2</sup> – milímetro quadrado (Unidade de área)

°C - graus Celsius (Unidade de temperatura)

h – hora (Unidade de tempo)

min – minuto (Unidade de tempo)

s – segundos (Unidade de tempo)

mW/cm<sup>2</sup> – miliwatts por centímetro quadrado (Unidade de densidade de energia)

mm/min – milímetro por minuto (Unidade de velocidade)

% – Porcentagem

N – Newton (Unidade de força – Carga aplicada)

MPa – MegaPascal (Força / Área)

MDP-Ca – Metalocriloxidecil dihidrogênio fosfato – Cálcio

Fig – Figura

rpm – Rotações por minuto

p – Probabilidade de significância

ISO – Organização Internacional para Padronização

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>12</b>
1.1 JUSTIFICATIVA .....	13
1.2 OBJETIVO GERAL .....	14
1.3 OBJETIVO ESPECÍFICO .....	14
<b>2 REVISÃO DE LITERATURA .....</b>	<b>15</b>
2.1 SUBSTRATOS DENTAIS .....	15
2.2 CLASSIFICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS ATUAIS .....	16
2.3 COMPOSIÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS E APLICAÇÃO EM DENTINA.....	17
2.4 TESTE MECÂNICO DE MICROTRAÇÃO .....	19
<b>3 MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>21</b>
<b>4 RESULTADOS.....</b>	<b>38</b>
<b>5 DISCUSSÃO .....</b>	<b>52</b>
<b>6 CONCLUSÃO .....</b>	<b>62</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>63</b>
<b>PRESS RELEASE .....</b>	<b>70</b>
<b>ANEXOS .....</b>	<b>71</b>
ANEXO I .....	71
ANEXO II .....	72
ANEXO III .....	74

## 1 INTRODUÇÃO

Antes do advento do condicionamento ácido do esmalte, proposto por Buonocore (1955) [1], e desenvolvimento dos sistemas adesivos dentinários, o conceito restaurador "extensão para prevenção" era realizado através de retenções macromecânicas, que exigia preparos cavitários extensos, e por consequência remoção de estrutura dental sadia [2]. Hoje, a remoção de tecido para criar retenção mecânica não é mais necessária, pois os sistemas adesivos foram formulados para unir diversos aderentes ao esmalte, dentina ou cimento, através de 3 principais componentes: ácido, primer e adesivo. Esses componentes são separados ou combinados de diversas maneiras, para criar os variados sistemas disponíveis no mercado odontológico [3].

A formulação química dos sistemas adesivos determina, em grande medida, seu desempenho de união ao substrato utilizado. Independente do tipo de sistema adesivo, todos contêm ingredientes semelhantes [4]. E compreender a classificação destes sistemas ajuda esclarecer as vantagens e desvantagens de cada um. Os sistemas adesivos podem ser classificados de uma maneira geral em autocondicionantes (AC), convencionais (E&R) e universais (AU) [5]. Atualmente os AU vem ganhando popularidade, devido à sua simplicidade e versatilidade de uso, tudo isso em um único frasco [6-8].

A evolução dos sistemas adesivos ocorreu, também, em função do entendimento dos componentes e dinâmica dos substratos dentais. O esmalte e a dentina são substratos muito distintos que requerem abordagens diferentes para aplicação do sistema adesivo [9]. O uso adequado dos sistemas adesivos permanece sensível à técnica de aplicação, esta é uma etapa crucial para determinar o sucesso e a longevidade do procedimento restaurador [5]. Porém, com o desenvolvimento contínuo e a introdução frequente de novos sistemas adesivos tornam alguns materiais existentes desatualizados, em um curto período. É extremamente difícil para o cirurgião-dentista se manter atualizado, pois muitos sistemas são constantemente lançados, atualizados ou relançados no mercado em curtos períodos [7]. E a maioria dos fabricantes não apresentam informações detalhadas sobre a aplicação, principalmente quanto à remoção do excesso dos diferentes materiais [10-12].

Em relação a ausência de informações contidas na bula a respeito da remoção dos excessos, alguns estudos utilizaram jato de ar por um período estendido [11,12]. E apesar de alguns fabricantes indicarem o tempo de secagem de 5 segundos (s), revisões sistemáticas já apontam melhores resultados de união com a utilização do jato de ar prolongado [13]. Outros sugerem utilizar microaplicador seco [11]. E não há dados sobre utilização de cânulas de aspiração para adesivos do tipo AC e AU. Apenas para remoção do excesso de umidade da dentina e após a aplicação de todos os componente de um E&R de 3 passos [10].

Dessa forma, o objetivo geral deste estudo foi avaliar a influência das técnicas de secagem/sucção dos excessos do primer, adesivo/primer e adesivo puro/bond, de sistemas do tipo: E&R, AC e AU, na RU à dentina imediata (24hs), através do ensaio de microtração. Avaliar a morfologia da interface adesiva e o modo de fratura por meio de microscopia ótica e microscopia eletrônica de varredura (MEV). A hipótese nula deste trabalho é que não haverá diferença no valor da RU para cada material, imediato (24hs), à dentina, entre os métodos de secagem/sucção nos sistemas adesivos utilizados.

## 1.1 JUSTIFICATIVA

Como a literatura não é clara sobre qual método de remoção dos excessos dos sistemas adesivos e em qual etapa realizar, sem que haja comprometimento da RU. O objetivo deste estudo foi avaliar, *in vitro*, o efeito da remoção dos excessos através da aplicação de diferentes protocolos de secagem e sucção, de sistemas adesivos convencionais de 3 passos (OPT), autocondicionante de 2 passos (CSE) e um sistema adesivo universal (SBU), na RU à dentina em 24h de imersão em água destilada à 37°C.

## 1.2 OBJETIVO GERAL

Avaliar a RU da interface dentina-adesivo-resina após diferentes técnicas de secagem/sucção dos excessos do primer, adesivo/primer e adesivo puro/bond

## 1.3 OBJETIVO ESPECÍFICO

- 1- Testar a hipótese nula de que não haverá diferença entre os métodos de remoção dos excessos dos sistemas adesivos na RU da interface adesiva imediata ;
- 2- Avaliar de maneira qualitativa o modo de fratura e a interface dentina-adesivo-resina através de microscopia ótica e MEV.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

### 2.1 SUBSTRATOS DENTAIS

O esmalte, estrutura sólida e homogênea, aliado ao seu baixo conteúdo de água, permite que sistemas adesivos hidrófobos possam fluir pelas microporosidades criadas pelo condicionamento ácido [14] que o torna com energia de superfície alta, alterando o contorno microsuperficial da região, possibilitando uma união efetiva. Portanto, a adesão ao esmalte é um procedimento de resultados previsíveis, seguro e estável, pouco influenciado pelas variações de técnica [1, 5].

Diferentemente do esmalte, a dentina é o grande desafio da adesão pois é um tecido vivo. Possui substrato heterogêneo composto por aproximadamente 50% de mineral, sendo 25% de conteúdo orgânico e 25% de água [15]. Estruturalmente a dentina é constituída por túbulos dentinários, dentina peritubular e intertubular. A dentina é a fase mineralizada do complexo dentino-polpa, nela é essencial entender o papel e densidade do número dos túbulos dentinários, dentina inter e peritubular e da lama dentinária (*smear layer* ou camada de esfregaço) nos processos adesivos [14].

Na estrutura da dentina, o número e o tamanho de seus túbulos aumentam à medida que se move da periferia em direção à câmara pulpar. Perto da polpa, os túbulos estão muito próximos uns dos outros, o conteúdo de água dessa dentina profunda é alto e os túbulos ocupam cerca de 22% da área dentinária. Próximo ao esmalte, os túbulos estão distantes, ocupando menos de 1% da superfície [15]. Evidenciando a dificuldade de trabalhar em dentina mais profunda devido a sua umidade e composição.

## 2.2 CLASSIFICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS ATUAIS

Os adesivos dentais passaram por transformações substanciais em sua química e número de componentes nos últimos 50 anos, principalmente pelo desafio de criar uma ligação durável à dentina [16]. A adesão ao esmalte permanece simples e confiável, desde a introdução da técnica de ataque ácido, em 1955, por Michael Buonocore [1]. Existem diversas classificações dos sistemas adesivos disponíveis, um exemplo é a classificação por gerações em que são organizados pela ordem de introdução no mercado. Atualmente, a forma mais aceita é a classificação de acordo com a estratégia de aplicação. Ou seja, pela forma como interagem com a camada de esfregaço/ *smear layer* [8, 7].

Os sistemas adesivos que preconizam o condicionamento ácido prévio, ou seja removem a *smear layer* tanto em esmalte quanto em dentina, são chamados de convencionais (E&R, *etch-and-rinse*, condicione-lave). Além de remover a camada de esfregaço, o ácido também descalcifica o 5–10 µm mais superficial da dentina para remover a hidroxiapatita e deixar uma malha de colágeno embebida em água remanescente do enxágue, necessário, do ácido. Estes sistemas podem ser divididos em de três passos/etapas (ácido, primer e adesivo são aplicados independentemente) e os de dois passos (ácido é aplicado em um primeiro momento e, após lavagem e remoção do excesso da umidade, uma solução contendo *primer* e adesivo é utilizada) [9, 5, 7, 17].

Os adesivos que não utilizam uma etapa de condicionamento ácido isolada são classificados como autocondicionante (AC, *self-etch*). Não existe a etapa do condicionamento com ácido fosfórico, como observado nos convencionais. Seu primer ácido sem enxágue não remove a camada de esfregaço, mas integra os resíduos da *smear layer* na interface adesiva, enquanto descalcifica levemente a hidroxiapatita superficial na dentina. A profundidade de descalcificação depende da acidez do primer: ultra-suave (pH  $\geq 2,5$ ), leve/brando (pH  $\approx 2$ ) descalcifica em torno de 1 µm, intermediário forte (pH entre 1 e 2) e forte (pH  $< 1$ ) 5–10 µm. Os AC podem ser divididos em sistemas de dois passos: primer ácido exerce as funções de ácido e primer, seguido da aplicação um adesivo hidrofóbico/bond puro. E AC de um passo: nos quais uma solução única, exercendo funções de ácido, primer e adesivo é aplicada sobre a estrutura dentária [9, 5, 17].

Clínicamente, os adesivos simplificados, os adesivos AC de uma etapa e E&R de dois passos, não incluem a etapa de adesivo hidrófobo (*bond*) separada, como a última camada do procedimento adesivo. Os adesivos dentários clássicos, que incluem uma etapa hidrofóbica, ou seja, adesivos E&R de três passos e adesivos AC de dois passos, são mais estáveis e resultam em restaurações mais duráveis do que suas contrapartes simplificadas [18]. Os adesivos simplificados se tornaram muito populares, pois os cirurgiões-dentistas tendem a selecionar materiais que são mais rápidos e fáceis de utilizar [7].

Atualmente, também, existem os sistemas adesivos universais (AU) que podem ser utilizados em ambas as estratégias AC e E&R [6]. A principal diferença entre os AU e os adesivos AC de uma etapa, além da estratégia de aplicação, é a presença de monômeros funcionais de fosfato e/ou carboxilato em adesivos universais. Estes monômeros funcionais são capazes de desencadear ligações químicas ao cálcio da hidroxiapatita [19]. Em ambos os sistemas AU e AC é consenso na literatura e também presente em algumas bulas a orientação dos fabricantes o benefício da etapa de condicionamento seletivo em esmalte, para aumento da taxa de retenção das restaurações [8,7, 17].

### 2.3 COMPOSIÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS E APLICAÇÃO EM DENTINA

Para hibridização efetiva da dentina, que é intrinsecamente úmida, alguns mecanismos devem ser esclarecidos. 1) Umedecimento/Molhamento da superfície: para um bom contato/espalhamento entre o adesivo e o substrato. A tensão da superfície do líquido, tendência do líquido se manter sob a forma de gota, deve ser menor que a energia da superfície do substrato. O ângulo de contato quanto mais próximo a zero, melhor seu comportamento e espalhamento. A maior viscosidade do adesivo pode necessitar de um maior período de aplicação – como nos casos de sistemas adesivos que possuem carga. [8]. Uma forma de diminuir a viscosidade dos monômeros do material é através da adição de solventes [4]. 2) Microretenção: amplia o potencial adesivo, devido ao aumento da área de união e da energia da superfície. Os fatores que irão interferir são: a rugosidade da superfície, utilização do ácido e pH, aspecto da superfície com presença ou ausência de *smear layer* no substrato [8]. 3)

Interação química: Alguns sistemas possuem em sua composição o monômero funcionais de fosfato e/ou carboxilato, como exemplo 10-MDP, que apresenta ligação química estável com o substrato dentinário, forma uma nanocamada, os sais MDP-Ca tornando a camada híbrida menos solúvel [19].

Independente do sistema adesivo utilizado todos contêm ingredientes semelhantes, que são monômeros resinosos, monômeros funcionais e de reticulação, iniciadores de presa, inibidores ou estabilizadores, solventes e, às vezes, cargas inorgânicas. Cada componente possui uma função específica. A química destes deve cumprir os requisitos para adesão a diferentes substratos dentais: esmalte dentina e cemento [4]. Monômeros hidrofílicos permitem a infiltração na umidade natural da dentina, porém absorvem água e são menos estáveis. Monômeros hidrofóbicos fornecem resistência mecânica, apresentam maior peso molecular, são mais viscosos e conferem ao sistema estabilidade [5, 20]. Os monômeros hidrofóbicos não conseguem penetrar em pequenas porosidades criadas nos tecidos dentais, necessitam diluentes e solventes hidrofílicos que são adicionados à composição [4]. A adição de solventes é indispensável para a composição de sistemas que precisam se aderir à dentina. A água, o etanol e a acetona são os solventes mais utilizados [4,5].

A água é um solvente fortemente polar, com alta capacidade de dissolução, determinada por sua capacidade de formar fortes ligações de hidrogênio. No entanto, a água é um solvente pobre para compostos orgânicos (como monômeros), que geralmente são bastante hidrofóbicos. Esta dificuldade pode ser superada adicionando um solvente secundário, como etanol ou acetona. [4,5]. Como a água, o etanol é um solvente polar que formará ligações do tipo pontes de hidrogênio com seus solutos. No entanto, devido à sua constante dielétrica muito mais baixa, o etanol também é um solvente mais apropriado para solutos menos polares, isto acontece, pois, sua molécula possui uma extremidade apolar. Sua pressão de vapor, medida de tendência de evaporação de um líquido, é mais alta que a da água. Assim permite uma melhor evaporação durante a secagem, resultando uma maior evaporação dos solventes. A acetona é outra opção de solvente em adesivos que combinam componentes hidrofóbicos e hidrofílicos. Sua alta pressão de vapor, cerca de quatro vezes mais alta que a do etanol, é a principal vantagem. No entanto, sua alta volatilidade pode levar à redução da vida útil do adesivo, pela rápida evaporação do solvente.[4].

A infiltração uniforme de monômeros hidrofílicos em toda a porção da dentina desmineralizada para proteger, reforçar e interagir com a rede de fibrilas de colágeno é, portanto, essencial durante a execução da técnica adesiva. Porém, foi demonstrado que a falha na etapa de evaporação dos solventes leva a menor valor de RU e nanoinfiltração como resultado da diluição, polimerização incompleta e separação de fases do adesivo [3]. É importante que a etapa de jato de ar, utilizado para evaporação dos solventes, não seja aplicado diretamente à parte adesiva/Bond do agente de união. Pois a utilização prolongada ou vigorosa do ar pode reduzir significativamente a resistência de união à dentina, pela inserção de bolhas e/ou remoção excessiva do material [21]. Por outro lado, outros artigos apresentam que que uma maior espessura da camada adesiva pode ser prejudicial à resistência de união, levando a manchas e sensibilidade pós-operatória [22, 23].

#### 2.4 TESTE MECÂNICO DE MICROTRAÇÃO

Em relação ao testes para avaliar a RU, dos sistemas adesivos ao substrato selecionado, os estudos laboratoriais podem ser imediatos e/ou acompanhados por um período. É um importante parâmetro, particularmente aos fabricantes que podem avaliar seus materiais, corrigir deficiências, implementar melhorias tanto na composição quanto nas instruções aos consumidores. Uma análise laboratorial que forneça dados confiáveis, serve também como base para posterior desenvolvimento de um estudo clínico, muito dispendioso em termos de tempo e valor [24,25]. Uma revisão com meta-análise de 2011 apresentou que os ensaios de microcisalhamento ( $\mu$ SBS) de microtração ( $\mu$ TBS) representam, juntos, 83 % de todos os testes utilizados para avaliar a união à dentina e esmalte. [26].

Desde a introdução na Odontologia do ensaio de  $\mu$ TBS, por Sano et al., 1994, foi possível avaliar a performance adesiva em pequenas áreas de forma a superar as limitações dos testes anteriores [27]. Além de permitir avaliar diversas regiões do substrato, permitindo maior versatilidade, porém com a desvantagem de ser mais trabalhoso que os convencionais [28]. Verificou-se que a resistência à tração foi inversamente relacionada à área de superfície aderida. Devido a distribuição de defeitos no material, um espécime menor provavelmente contém menor concentração

de defeitos em comparação com espécimes maiores de acordo com a teoria do defeito de Griffith [29], que trata da distribuição de tensão nos sólidos, e indica que defeitos internos são propagadores de trincas. Apesar de ser desenvolvida para materiais frágeis, a teoria pode ser aplicada para os testes de adesão em dentina [27].

A metodologia da  $\mu$ TBS permite também a utilização de um número reduzido de dentes, já que múltiplos espécimes podem ser obtidos com um único dente. [27, 30]. Pode-se obter grande número de falhas adesivas, contanto que a área aderida seja de aproximadamente  $1\text{mm}^2$  [30]. Reduzindo o número de falhas coesivas na dentina, encontradas frequentemente em testes convencionais e  $\mu$ SBS [28].

O teste de  $\mu$ TBS sofreu inúmeras modificações ao longo do tempo. E a busca pela padronização de inúmeras variáveis devem ser consideradas, para possibilitar uma melhor comparação entre estudos publicados e possibilitar conclusões mais realistas [31, 32]. Desde a padronização da terminologia utilizada, a seleção dos materiais e do substrato, armazenamento do material biológico, montagem e preparo dos espécimes, padronização da smear layer, aplicação dos materiais selecionados, fotopolimerização, forma e corte dos espécimes, método de realização do teste, armazenamento e envelhecimentos dos espécimes, coleta dos dados e análise estatística [32]. Tornando-se assim, um dos testes de RU mais padronizado e versátil da atualidade [33].

O  $\mu$ TBS é um ensaio estático, a carga aumenta lentamente e o tempo do ensaio é de curta duração. Quanto à integridade do corpo de prova, o ensaio é destrutivo de forma parcial [33]. As superfícies dos espécimes após o teste fornecem informações importantes. A associação do ensaios estáticos com análises morfológicas e microscópicas contribuí para o avanço em sistemas adesivos, na tentativa de acompanhar as simulações dos efeitos de uma restauração em meio bucal. Porém, ainda assim, não são completos e não permitem uma extrapolação para previsão do comportamento clínico dos materiais [34].

### 3 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 3.1 DISCRIMINAÇÃO DO EXPERIMENTO NO PRESENTE TRABALHO

Os experimentos que compõem o presente trabalho são: Avaliação *in vitro* quantitativa do valor de resistência de união da interface adesiva, dentina-adesivo-resina em 24 horas, com o uso de técnicas de secagem/sucção do excesso de sistemas adesivos. Análise qualitativa da morfologia da interface adesiva e o modo de fratura por meio de estereomicroscopia e microscopia eletrônica de varredura (MEV).

##### 3.1.1 Obtenção e armazenamento dos dentes

Após submissão e aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Ciências da Saúde da Universidade de Brasília, sob número de protocolo #4.424.468 (Anexo I), foram coletados 180 dentes terceiros molares humanos hígidos com indicação clínica de exodontia. Estes coletados em clínicas odontológicas do Distrito Federal, com prévio consentimento dos pacientes, que estavam cientes do uso nesta pesquisa e que assinaram um termo de concessão dos dentes (Anexo II). Imediatamente após a exodontia, os dentes foram limpos com curetas periodontais e pedra pomes, armazenados em Timol 0,1% até quatro meses após sua extração. Todos os dentes foram examinados sob um microscópio estereoscópico (Leica MS5, Leica Microscopy Systems Ltd; Heerbrugg, Suíça) para mostrar evidências de cárie, restaurações, hipoplasia do esmalte e/ou outros defeitos.

**Critérios de inclusão:** Dentes terceiros molares hígidos de pacientes entre 18 e 40 anos.

**Critérios de exclusão:** Dentes terceiros molares com presença de cáries, restaurações e/ou defeitos estruturais. Dentes de pacientes menores de idade e com mais de 40 anos. Dentes que não sejam terceiros molares. Dentes extranumerários.

### 3.1.2 Preparo das amostras

Os dentes previamente limpos, com curetas periodontais e pedra pomes, foram armazenados em solução de timol 0.1% até a sua utilização, por no máximo 4 meses de armazenamento (Fig 1 - A). Após, foram levados a uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler Ltd., Lake Buff, Illinois, EUA), com um disco diamandado sob irrigação constante, para a remoção do esmalte oclusal (Fig 1 - B). O esmalte remanescente foi removido sob irrigação constante, usando um disco de lixa com diferentes granulações SiC 180, 320 (Buehler Isomet, Buehler Ltd,) e pontas diamantadas nº 4138 (KG Sorensen, Barueri, São Paulo, Brasil) em alta rotação. A verificação da não ocorrência de esmalte remanescente foi realizada com o auxílio de um microscópio óptico, em aumento de 40x.

Para padronização da *smear layer* da superfície dentinária, foi utilizado disco de lixa de carbetto de silício, de granulação no 600, por 60 segundos com irrigação constante em Politriz (Teclago, São Paulo, Brasil), com velocidade de 187rpm (Fig 1 - C). A extremidade radicular de cada dente foi reduzida com um auxílio de um disco diamantado, de modo a manter a junção cimento-esmalte paralela a superfície de apoio (Fig 1 - D). Em seguida, as amostras foram levadas à cuba ultrassônica (Digital Ultrasonic Cleaner, Gnatus, São Paulo, Brasil) em água destilada por 5min para limpeza da superfície (Fig 1 - E). Após foram fixados com auxílio de cera pegajosa (Asfer Indústria Química Ltda, São Caetano do Sul, SP, Brasil) para facilitar a estabilização e padronizar as distâncias do protocolo de hibridização (Fig 1 - F). O excesso de água da superfície foi removido com um papel absorvente, de forma a não deixá-la ressecada antes da hibridização do tecido dentinário.

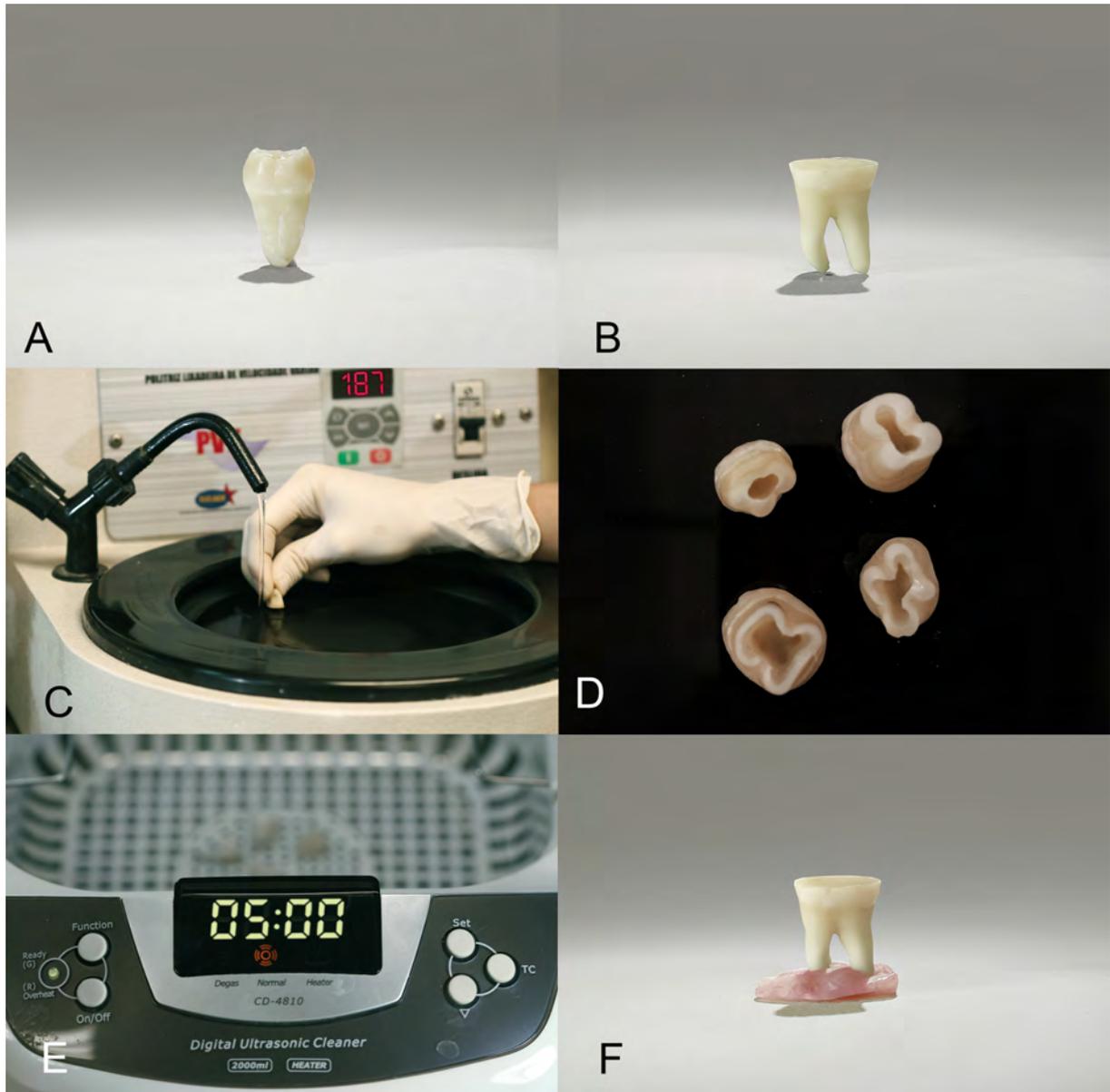


Figura 1: Preparo da superfície dos dentes selecionados. A) dente hígido após limpeza; B) superfície oclusal planificada em dentina, após corte do esmalte oclusal; C) padronização da camada de *smear layer* em Politriz; D) corte radicular para facilitar a inclusão das amostras; E) limpeza da superfície em cuba ultrassônica por 5min em água destilada; F) fixação inicial em cera pegajosa para estabilização da amostra.

### 3.1.3 Grupos experimentais

Os grupos experimentais foram divididos de acordo com os adesivos selecionados; convencionais de 3 passos, autocondicionante de 2 passos e universal, sendo este utilizado na estratégia autocondicionante. Todos foram utilizados conforme indicações do fabricante (Tabela 1), exceto para remoção do excesso primer/primer-adesivo/adesivo, de acordo com os grupos experimentais (Tabela 2 e Fig 2, 3, 4).

Para a remoção do excesso dos sistemas adesivos o jato de ar foi realizado com seringa tríplice, a 5cm da superfície dentinária numa angulação de 45° com pressão de 3bar (43 psi). A sucção foi realizada com cânula aspiradora (Sugador endodôntico descartável, SSPlus do Brasil Ltda, Maringá, Brasil) encostada e contornando o perímetro de toda superfície dentinária, com pressão de 3bar (43 psi). Todos os procedimentos de hibridização e restauração foram realizados por um único operador, utilizando luva e látex sem talco a uma temperatura ambiente de 21°C.

**Tabela 1- Sistemas adesivos selecionados e protocolo de aplicação segundo os fabricantes**

Sistema Adesivo	Protocolo de Aplicação
<p><b>OptiBond FL</b></p> 	<p>Secagem da cavidade + ataque com ácido fosfórico 37.5% por 15s em dentina + lavagem por cerca de 15s + cuidado para não ressecar a dentina + aplicação do primer com leve movimento de fricção por 15s + jato de ar suave por 5s + aplicação uniforme do bond* + se necessário leve jato de ar** + fotopolimerização por 10s.</p>
<p><b>Clearfill Se Bond</b></p> 	<p>Primer deixe-o em contato com a superfície por pelo menos 20s* + jato de ar suave para evaporar os componentes voláteis** + aplicação do Bond* + Jato de ar suave** + fotopolimerização por 10s.</p>
<p><b>Single Bond Universal</b></p> 	<p>Secagem por cavidade com papel absorvente ou algodão + aplicação ativa por aproximadamente 20s única camada + leve jato de ar durante cerca de 5s + fotopolimerização por 10s.</p>

Dados fornecidos pelas bulas dos fabricantes.\*Padronizados aplicação ativa de todos os componentes; \*\* Padronização do jato de ar suave por 5s devido ausência de informações na bula.

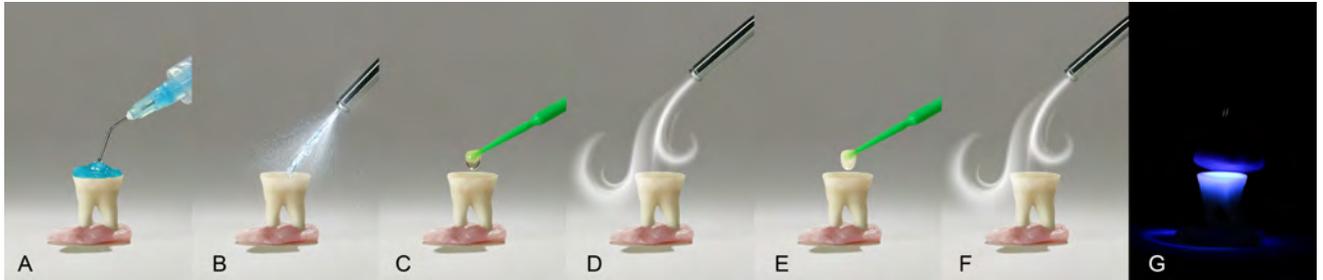
Tabela 2 - Grupos experimentais realizados no estudo

<b>Classificação sistemas adesivos</b>	<b>Passos</b>	<b>Material (Abreviatura)</b>	<b>Condicionamento ácido prévio</b>	<b>Primer</b>	<b>Adesivo Puro (<i>Bond</i>)</b>	<b>Grupo</b>
Convencional	3	OptiBond FL (OPT)	Sim	JA (control)	JA (control)	OPT-G1
				S	S	OPT-G2
				(S+JA)	(S+JA)	OPT-G3
				JA	S	OPT-G4
Auto condicionante	2	Clearfill SE Bond (CSE)	Não	<b>Primer</b>	<b>Bond</b>	
				JA (control)	JA (control)	CSE-G1
				S	S	CSE-G2
				(S+JA)	(S+JA)	CSE-G3
Universal	1	Single Bond Universal (SBU)	Não	<b>Primer + Bond</b>		
				JA (control)		SBU-G1
				S		SBU-G2
				(S+JA)		SBU-G3

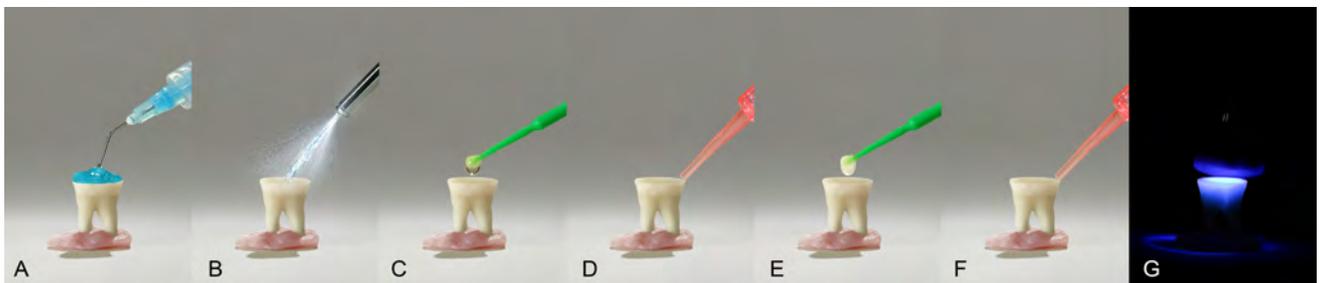
JA (control): Jato de ar suave, etapa controle, realizado conforme indicação do fabricante, se na bula não houvesse informações suficiente definimos 5s como protocolo; S: Sucção com cânula de aspiração encostada no perímetro da superfície dentinária por 15s; (S+JA): Sucção + Jato de ar, com mesmas especificações dos grupos anteriores; JA: Jato de ar controle no primer e seguido da S: sucção do *Bond* nos adesivos multietapas/passos.

### 3.1.3.1 Protocolo de aplicação e remoção dos excessos para o Sistema Adesivo Optibond FL de acordo com os grupos experimentais:

#### OPT-G1:



#### OPT-G2:



#### OPT-G3:



#### OPT-G4:

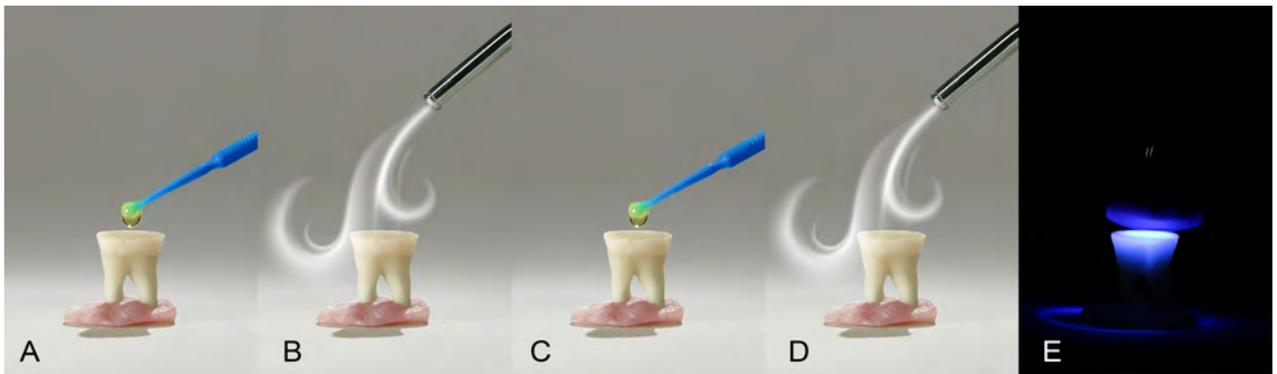


Figura 2 Estratégias de aplicação e remoção dos excessos do sistema adesivo OPT. OPT-G1: A) aplicação do ácido fosfórico por 15s, B) lavagem abundante com spray de água, C) aplicação ativa do primer, D) jato de ar por 5s a 5cm de distância, E) aplicação ativa do adesivo, F) jato de ar por 5s a 5cm de distância e G) fotopolimerização por 10 s; OPT-G2: A) aplicação do ácido fosfórico por 15s, B) lavagem abundante com spray de água, C) aplicação ativa do primer, D) aspiração por 15s com cânula de sucção, E) aplicação ativa do adesivo, F) aspiração por 15s cânula de sucção e G) fotopolimerização

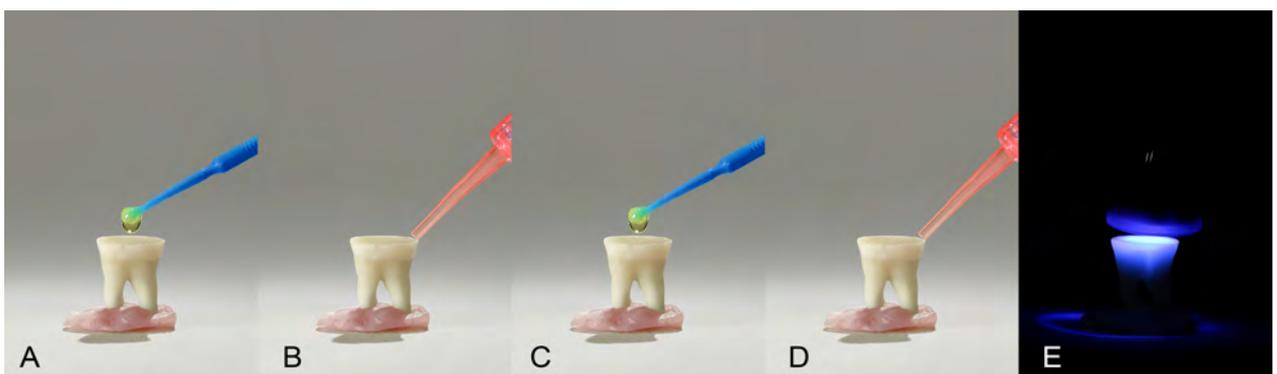
por 10 s; OPT-G3: A) aplicação do ácido fosfórico por 15s, B) lavagem abundante com spray de água, C) aplicação ativa do primer, D) jato de ar por 5s a 5cm de distância + aspiração por 15s cânula de sucção simultâneos, E) aplicação ativa do adesivo, F) jato de ar por 5s a 5cm de distância + aspiração por 15s cânula de sucção simultâneos e G) fotopolimerização por 10 s; OPT-G4: A) aplicação do ácido fosfórico por 15s, B) lavagem abundante com spray de água, C) aplicação ativa do primer, D) jato de ar por 5s a 5cm de distância, E) aplicação ativa do adesivo, F) aspiração por 15s cânula de sucção e G) fotopolimerização por 10 s.

### 3.1.3.2 Protocolo de aplicação e remoção dos excessos para o Sistema Adesivo Clearfill SE de acordo com os grupos experimentais:

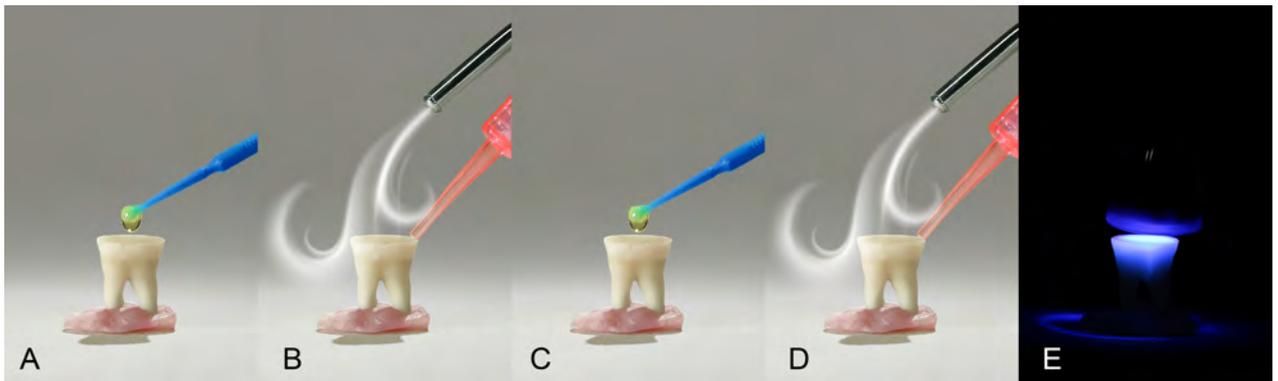
CSE-G1:



CSE-G2:



## CSE-G3:



## CSE-G4:

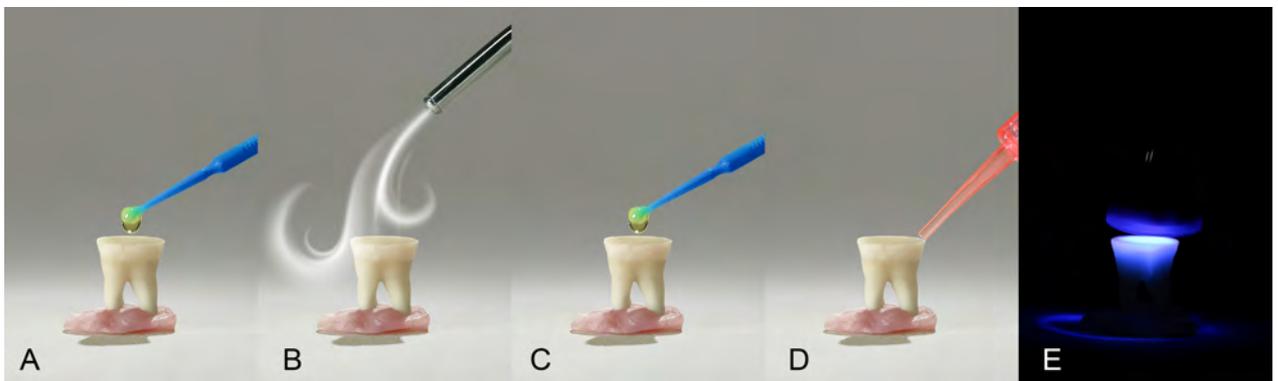
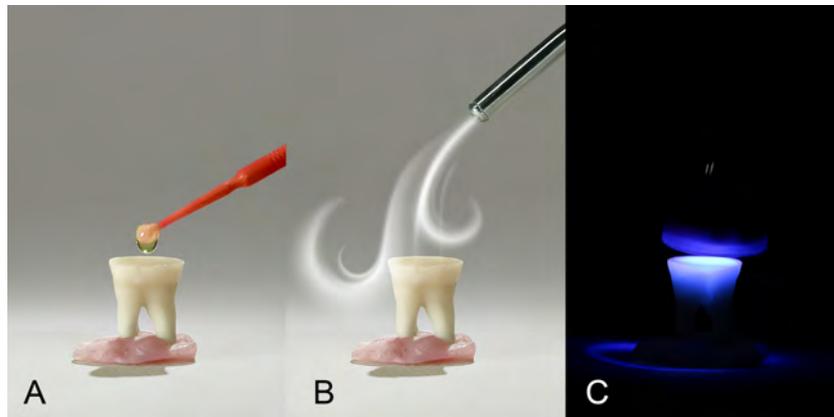


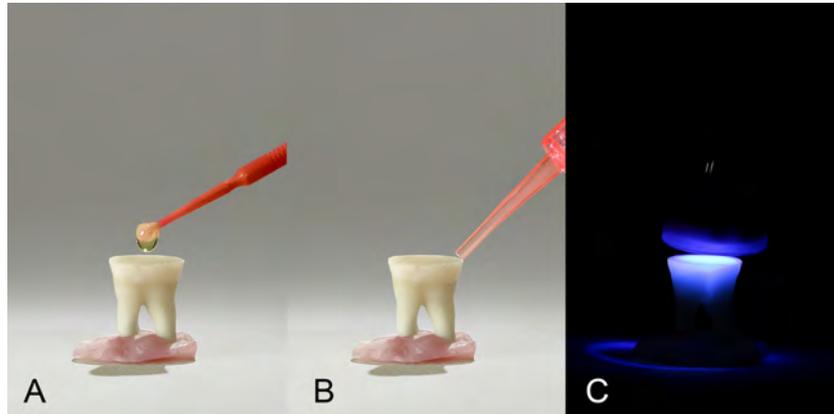
Figura 3: Estratégias de aplicação e remoção dos excessos do sistema adesivo CSE. CSE-G1: A) aplicação ativa do primer, B) jato de ar por 5s a 5cm de distância, C) aplicação ativa do adesivo, D) jato de ar por 5s a 5cm de distância e E) fotopolimerização por 10s; CSE-G2: A) aplicação ativa do primer, B) aspiração por 15s cânula de sucção, C) aplicação ativa do adesivo, D) aspiração por 15s cânula de sucção e E) fotopolimerização por 10s; CSE-G3: A) aplicação ativa do primer, B) jato de ar por 5s a 5cm de distância + aspiração por 15s cânula de sucção simultâneos, C) aplicação ativa do adesivo, D) jato de ar por 5s a 5cm de distância + aspiração por 15s cânula de sucção simultâneos e E) fotopolimerização por 10s; CSE-G4: A) aplicação ativa do primer, B) jato de ar por 5s a 5cm de distância, C) aplicação ativa do adesivo, D) aspiração por 15s cânula de sucção e E) fotopolimerização por 10s.

### 3.1.3.3 Protocolo de aplicação e remoção dos excessos para o Sistema Adesivo Single Bond Universal de acordo com os grupos experimentais:

SBU-G1:



SBU-G2:



SBU-G3:

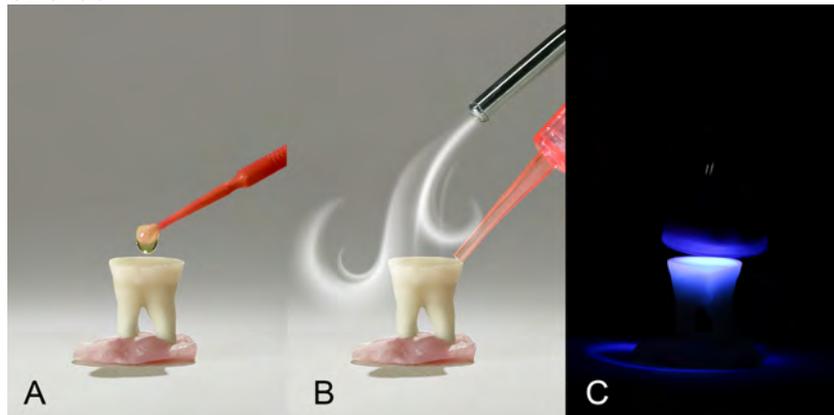


Figura 4: Estratégias de aplicação e remoção dos excessos do sistema adesivo SBU. SBU-G1: A) aplicação ativa do sistema adesivo, B) jato de ar por 5s a 5cm de distância e C) fotopolimerização por 10s; SBU-G2: A) aplicação ativa do sistema adesivo, B) aspiração por 15s cânula de sucção e C) fotopolimerização por 10s; SBU-G3: A) aplicação ativa do sistema adesivo, B) jato de ar por 5s a 5cm de distância + aspiração por 15s cânula de sucção simultâneos e C) fotopolimerização por 10s.

### 3.1.4 Protocolo restaurador

Os fabricantes e componentes principais dos materiais que foram utilizados no presente estudo estão descritos na Tabela 3. O protocolo restaurador foi padronizado para todos os grupos, seguindo as recomendações do fabricante, exceto para a etapa do remoção do excesso do primer, primer-adesivo e/ou adesivo puro/*bond*. Após etapa de hibridização, confeccionada uma "coroa" de resina composta microhíbrida (Z100, 3M ESPE, Minnesota, EUA) com técnica incremental. Uma camada inicial realizada com 2mm de espessura (Fig 5 - A) e depois outros 2 incrementos totalizando, aproximadamente, 5mm de altura. O aparelho fotopolimerizador foi verificado com radiômetro, a fim de garantir a potência durante toda a etapa laboratorial. O tempo de fotoativação de cada camada de resina foi de 20s, com aparelho Bluephase N (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, EUA), com 600mW/cm<sup>2</sup> de densidade de potência e ponteira luminosa posicionada a 1cm da superfície. Após a colocação do último incremento e fotoativação, aplicado gel hidrossolúvel e fotopolimerização por mais 20 s, totalizando 40s (Fig 5 - B). A inclusão foi realizada, individualmente, em molde fabricado em silicone de condensação (Zetalabor, Zhermack, Rivogo, Itália) com resina acrílica autopolimerizável (ViPi Flash, São Paulo, SP, Brasil), com auxílio da cera pegajosa (Asfer Indústria Química Ltda, São Caetano do Sul, SP, Brasil) e palitos de madeira para facilitar o nivelamento paralelo à junção amelocementária (Fig 5 - C). Os dentes restaurados foram acondicionados em água destilada à 37°C em estufa (Odontobras, São Paulo, SP, Brasil) durante 24h. (Fig 5 - D). Antes do corte dos palitos, os espécimes foram marcados com caneta permanente na superfície resinosa de acordo com o grupo pertencente (Fig 5 - E).

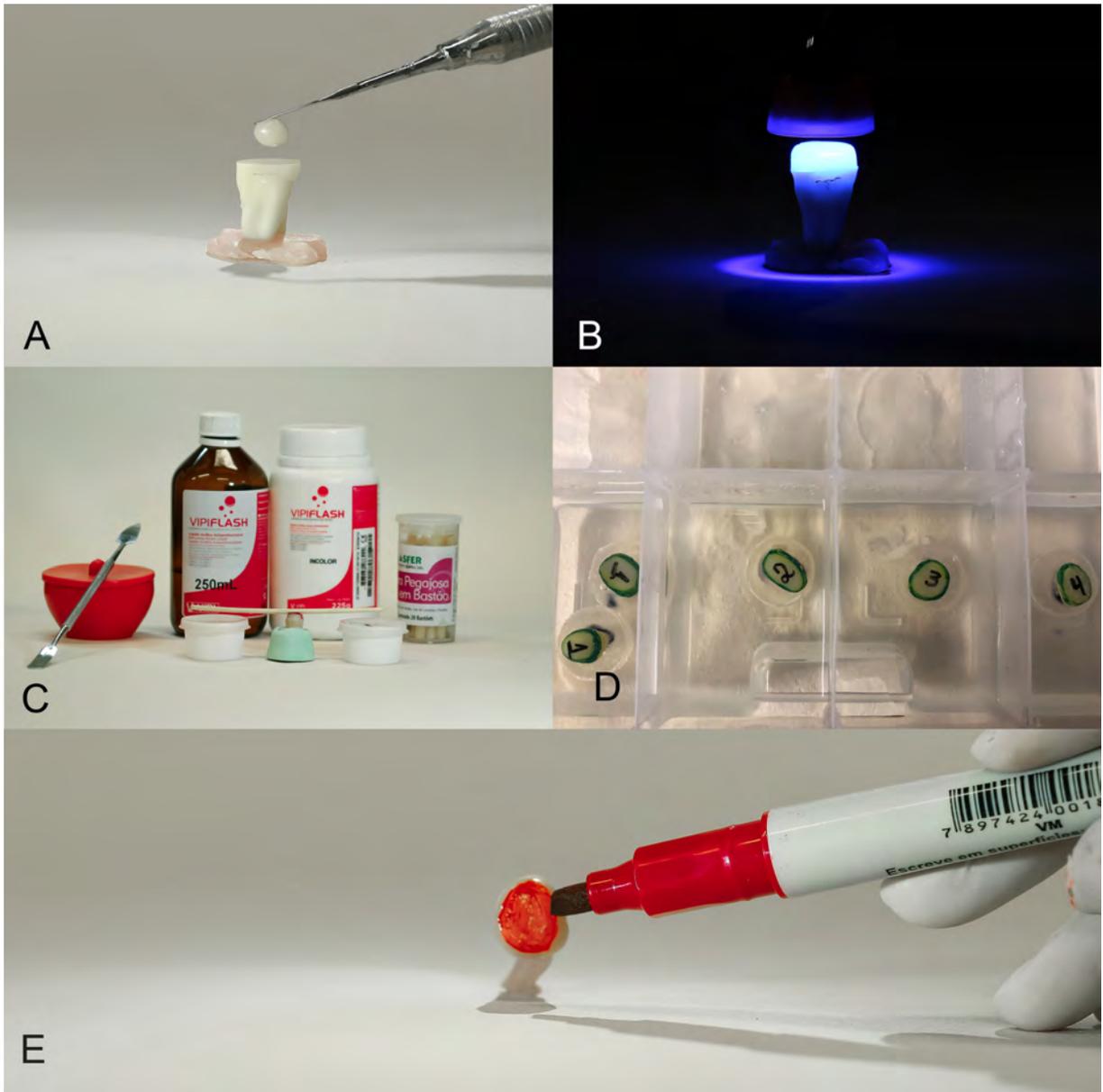


Figura 5: Restauração dos dentes após estratégias de hibridização dos grupos experimentais. A) aplicação da resina composta de forma incremental; B) fotopolimerização de cada incremento até atingir 5mm de altura; C) inclusão dos dentes restaurados em resina acrílica com auxílio de cera pegajosa e palito de madeira; D) armazenagem dos dentes em água destilada em estufa à 37°C durante 24h; E) previamente ao corte, a superfície em resina composta foi marcada com caneta permanente de acordo com o grupo pertencente para facilitar a identificação.

**Tabela 3 - Materiais utilizados para o estudo, fabricantes, lotes e composições**

<b>Material – Lote - Validade</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Tipo</b>	<b>Componentes: Composição</b>
Filtelk Z100  Lote: 2113100406 (exp:2024/01/19)	3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, EUA	Resina Microparticulada	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA e Bis-EMA.
OptiBond FL  Primer: 8048504 (exp:2023/02/23)  Bond: 7984518 (exp:2022/06/19)	Kerr, Romulus, CA, EUA	Convencional de 3 Passos	Primer: HEMA, GPDM, PAMM, CQ, Solvente: <b>água e etanol</b> .  Adesivo: Bis-GMA, GDMA, HEMA, TEGDMA, UDMA, CQ, Carga: 48% de pérolas de bário de 0,6 microns. Carga liberação de flúor: hexafluoroscilicato de sódio. Radiopacidade: 267%.
Clearfill Se Bond  Primer: 2 J0351 (exp:2022/07/31)  Bond: 2 K0623 (exp:2022/07/31)	Kuraray, Minamiku, Okayana, Japão	Autocondicionante de 2 Passos	Primer (autocondicionante): 10-MDP, HEMA, Dimetacrilato hidrófilo, CQ, <b>N.N dietanol-p-toluidina, água</b> .  Bond: 10MDP, Bis-GMA, HEMA, Dimetacrilato hidrófobo, CQ, <b>N.N-dietanol-p-toluidina</b> , Sílica coloidal silanizada.
Single Bond Universal  EE1429 (A)  (exp:2022/03/09)	3M ESPE, Saint Paul, Minnesota, EUA	Universal de 1 Passo	MDP, Metacrilato de 2-hidroxietila, Bis-GMA, Decanodiol fosfato metacrilato, <b>etanol, água</b> , Ácido 2-propenóico, 2-metil-, 3- (trimetoxisilil) éter propilo, produtos de reação com sílica vítrea, Copolímero de acrílico e ácido itacônico, Caforquinona, N,N-Dimetilbenzocaína, Metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, 2,6-Di-terc-butil-p-cresol

\*dados fornecidos pelas bulas dos fabricantes. Bis-GMA: bisfenol-A-glicidilmetacrilato; UDMA: dimetacrilato de uretano; TEGDMA: trietilenoglicol dimetacrilato; Bis-EMA: Bisfenol glicol dieter dimetacrilato; HEMA: 2-hidroxietil metacrilato; GDMA: glicerol dimetacrilato; PAMM: ftálico ácido mono etilmetacrilato; CQ: canforoquinona; GPDM: glicerol fosfato dimetacrilato; MDP: metacrilóiloxidecil dihidrogênio fosfato.

### 3.1.5 Preparo dos espécimes

Após 24h de imersão em água destilada à 37°C, cada dente restaurado foi levado ao micrótopo rotativo digital (Accutom -5, Struers, Ballerup, Dinamarca), com um disco diamandado (Diamond Cut-off MOD15, Struers, Ballerup, Dinamarca) de espessura 0.4mm, sob irrigação constante, e realizadas sequências de cortes perpendiculares no eixo x e no eixo y (Fig 6 – A e B). Obtendo por dente de 16-20 bastões de 0,8 +/-1mm de largura (Fig 6 – C e D), aplicando a técnica do palito “não aparada”.

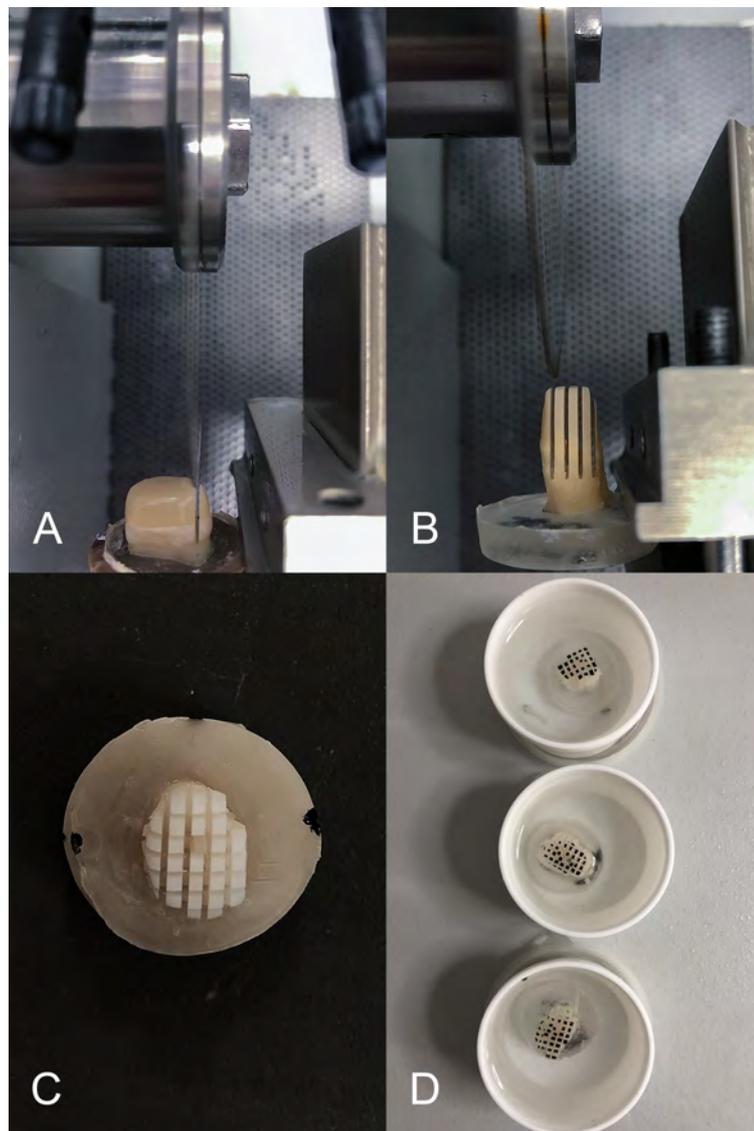


Figura 6: Representação do corte das amostras para o obtenção dos palitos. A e B) cada dente restaurado foi seccionado de forma paralela com uma distância aproximada de 1 mm entre os cortes e posteriormente novas secções realizadas de forma perpendicular com uma distância de 1mm; C) aspecto dos bastões/palitos; D) amostra mantidas hidratadas até a realização do teste de microtração.

### 3.1.6 Teste de resistência de união à microtração

Logo após os cortes, os palitos foram analisados e selecionados com auxílio de lupa e excluídos da amostra quaisquer palitos que possuísem defeitos na interface de união dente-restauração. Os aprovados foram mantidos em *eppendorf*, em água destilada até o momento do teste (Fig 7 - A). Em seguida, a área da seção transversal de cada palito foi aferida com um paquímetro digital (727-6 / 150, Starret, Itu, Brasil) (Fig 7 - B). Os palitos de cada grupo foram colados individualmente em garras de Geraldeli (Odeme Biotechnology, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil), aplicando em cada extremidade cola a base de cianoacrilato gel (Locite Superbond Power Easy Gel, Henckel, São Paulo, Brasil), de forma a não contaminar a interface dente-restauração (Fig 7 - C). Para acelerar o tempo de polimerização foi pincelado sobre a superfície da cola o monômero da resina acrílica autopolimerizável (Vipi Flash, Ltda, São Paulo, SP, Brasil). Em caso de erro durante a colagem ou quebra dos espécimes durante a manipulação estes foram contabilizados como falha pré-teste (FPT). Após completa reação de presa da cola, em torno de 25 minutos, as garras com os palitos foram acopladas em uma Máquina de Ensaio Universal Shimadzu (Shimadzu Corp, Kyoto, Japão) para o teste de microtração, com velocidade de 0,5mm/min e célula de carga de 100N, até o rompimento da interface adesiva. Posicionando-se a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da tensão de tração (Fig 7 - D). No momento da fratura, o valor de RU de cada palito foi inicialmente registrado em Newtons (N) e depois convertidos em Megapascal (MPa), calculados pela divisão de N pela área de secção de cada palito obtido em mm<sup>2</sup>.

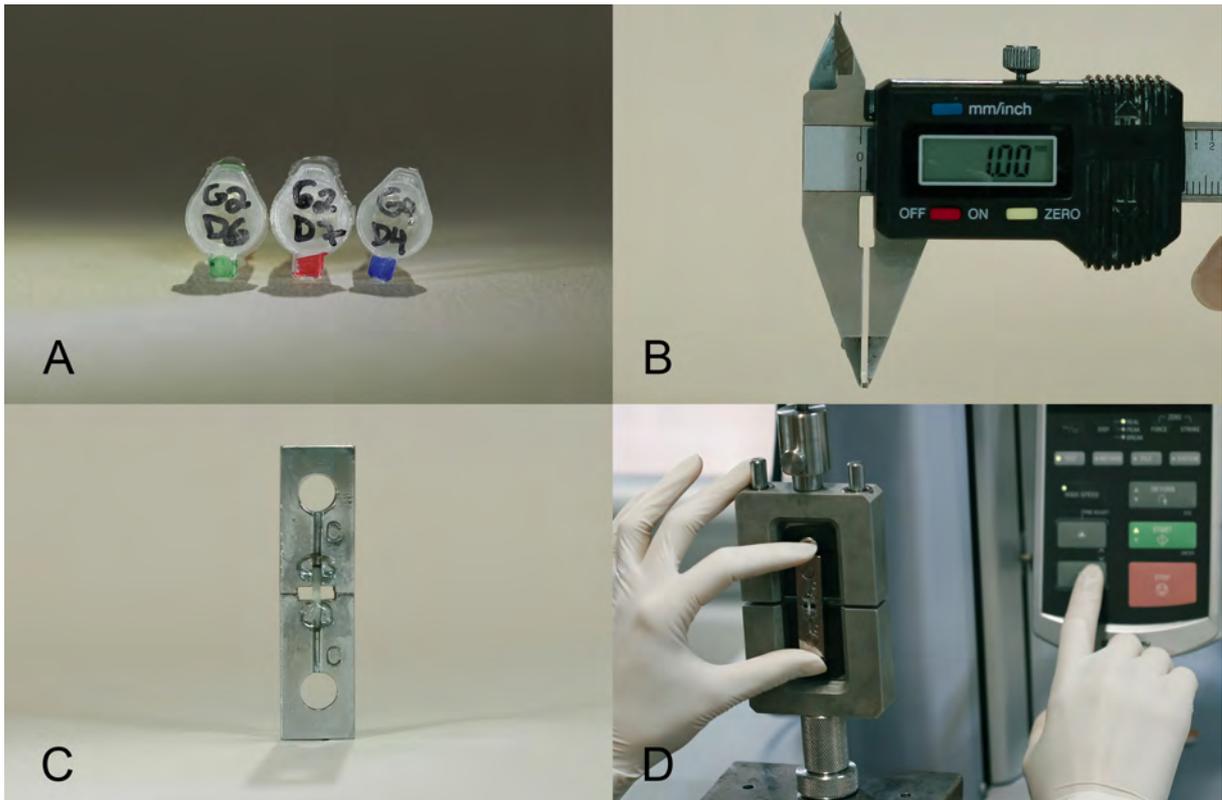


Figura 7: Representação da seqüência para o teste de microtração. A) os palitos/espécimes mantidos sempre em *eppendorfs* contendo água destilada até o momento do teste; B) utilização do paquímetro digital para medir a largura e a espessura de cada palito, para o cálculo da área de secção transversal; C) colagem das extremidades do palito com cianoacrilato gel em garra de Geraldelli; D) após completa polimerização da cola, posicionamento da garra metálica na Máquina de Ensaio Universal.

### 3.1.7 Microscopia Óptica e de Varredura

As amostras foram avaliadas antes e após o ensaio de microtração, utilizando como auxílio para verificação uma lupa estereoscópica (Leica MS5, Leica Microscopy Systems Ltd; Heerbrugg, Suíça).

Posteriormente ao ensaio, cada espécime foi classificada segundo o tipo de fratura ocorrida (Quadro 1). Fratura coesiva em dentina (CD), quando a fratura ocorresse somente em dentina; Fratura coesiva em resina (CR): quando a fratura ocorresse no compósito restaurador, mesmo que incompleta; Fratura adesiva (AD): quando maior parte da fratura estivesse na área adesiva; Fratura Mista (M): quando ocorrer na área adesiva, mas ainda apresentar grande remanescente do compósito.

Quadro 1 – Classificação e possibilidade de fratura dos espécimes com imagem ilustrativa:

<b>Tipo de Fratura</b>	<b>Imagem Iustrativa</b>
Fratura Adesiva	
Fratura Coesiva em Dentina	
Fratura Coesiva em Resina	
Fratura Mista	
Legenda: Dentina:  / Resina:  / Fratura: 	

Amostras representativas selecionadas (3-4 espécimes) foram metalizadas em dispositivo de revestimento por pulverização catódica em ouro a alto vácuo – Leica EM SCD 500 (Leica Microsystems, Welzlar, Alemanha) e posteriormente analisadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV) (JEOL, Tóquio, Japão) a 20Kv de voltagem.

### 3.2 ANÁLISE ESTATÍSTICA

A unidade amostral utilizada foi o dente, para cada combinação de sistema adesivo e protocolo de remoção do excesso. Para a realização do cálculo amostral foi realizado um estudo piloto, utilizando três dentes por grupo, 33 dentes. O valor de alpha foi definido como 0.05 e o poder estatístico como 80%. A média e o desvio padrão foram definidos a partir dos resultados do estudo piloto. Os resultados definiram um mínimo de n=8 dentes para o estudo. Optou-se pela utilização de um n=10 por grupo, 110 dentes para análise estatística do estudo. A normalidade e homogeneidade das médias obtidas em MPa foram analisadas pelo teste de Shapiro-Wilk e histograma. Os valores apresentavam distribuição paramétrica e foi empregada a Análise de variância em nível de 5% de probabilidade.

Os dados paramétricos foram submetidos aos testes ANOVA a 1 critério e teste de Tukey para avaliar a possível diferença estatística entre os grupos experimentais,

com nível de significância de 0,05. Todas as análises foram realizadas com o pacote estatístico Statistica 10.0 (Statsoft) avaliando os seguintes itens:

- Diferença entre os protocolos de remoção do excesso de cada sistema adesivo.

## 4 RESULTADOS

### 4.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO

#### 4.1.1 Adesivo Optibond FL

Histograma demonstrando os valores de RU para o adesivo Optibond FL (Figura 8); foi observado distribuição normal dos dados ( $p=0.62$ ).

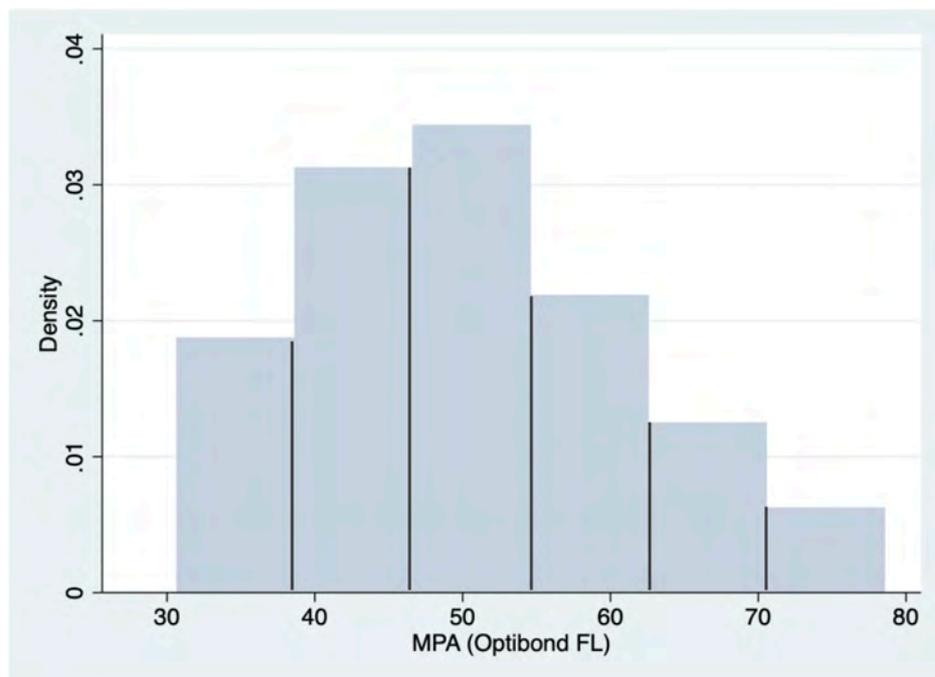


Figura 8: Histograma representando a distribuição dos dados de RU (MPa) para o adesivo OPT.

A tabela 4 apresenta os valores de média e desvio-padrão para os grupos experimentais do adesivo Optibond FL. Os dados obtidos não rejeitam a hipótese nula, e indicam não existir diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p=0.34$ ). A figura 9 apresenta o gráfico do tipo box-plot com os dados de RU à microtração.

**Tabela 4 - Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência de união (MPa) do adesivo Optibond FL obtidos pelo teste de microtração**

Grupos	Média (DP)
<b>G1-</b> Primer: Jato ar 5s Bond: Jato ar 5s	53.9 (9.2) <sup>a</sup>
<b>G2-</b> Primer: Asp15s Bond: Asp15s	44.9 (10.1) <sup>a</sup>
<b>G3-</b> Primer: Asp15s+ Jato ar 5s Bond: Asp 15s + Jato Ar 5s	48.8 (11.2) <sup>a</sup>
<b>G4-</b> Primer: Jato ar 5s Bond: Asp15s	51.1 (8.3) <sup>a</sup>

Letras minúsculas iguais denotam ausência de diferença estatística significativa entre as médias ( $p > 0,05$ ).

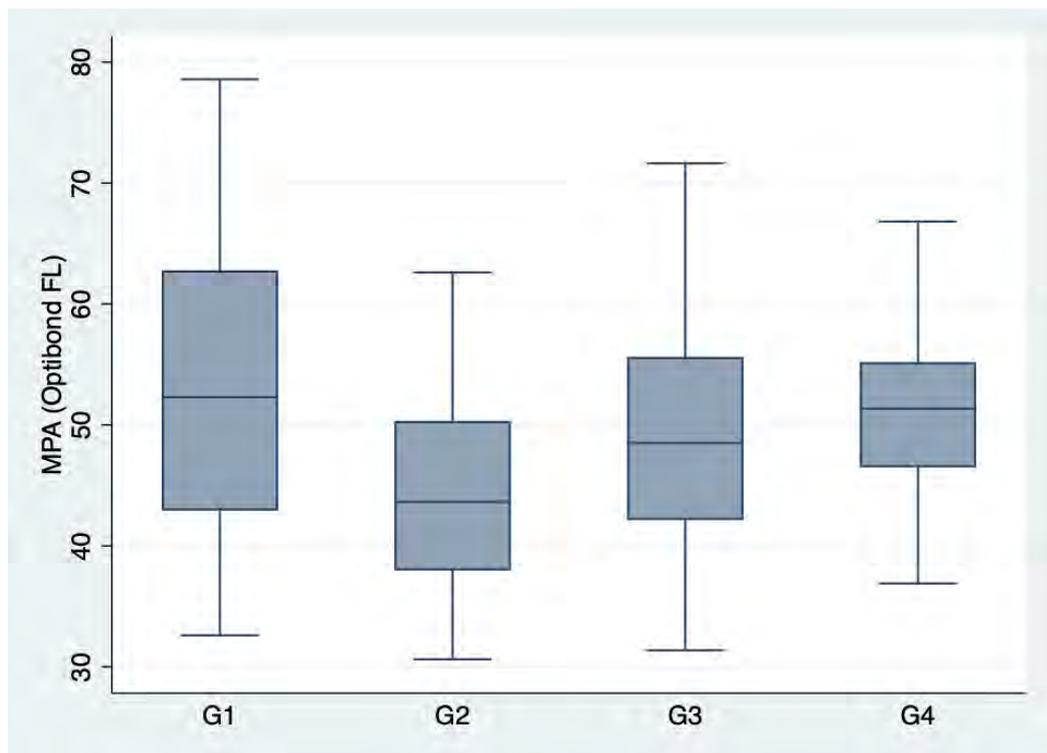


Figura 9: Gráfico do tipo box-plot representado os valores de Ru (MPa) dos grupos experimentais do adesivo OPT

#### 4.1.2 Adesivo Clearfil SE

Histograma demonstrando os valores de RU para o adesivo Clearfill SE (Figura 10); foi observado distribuição normal ( $p=0.74$ ).

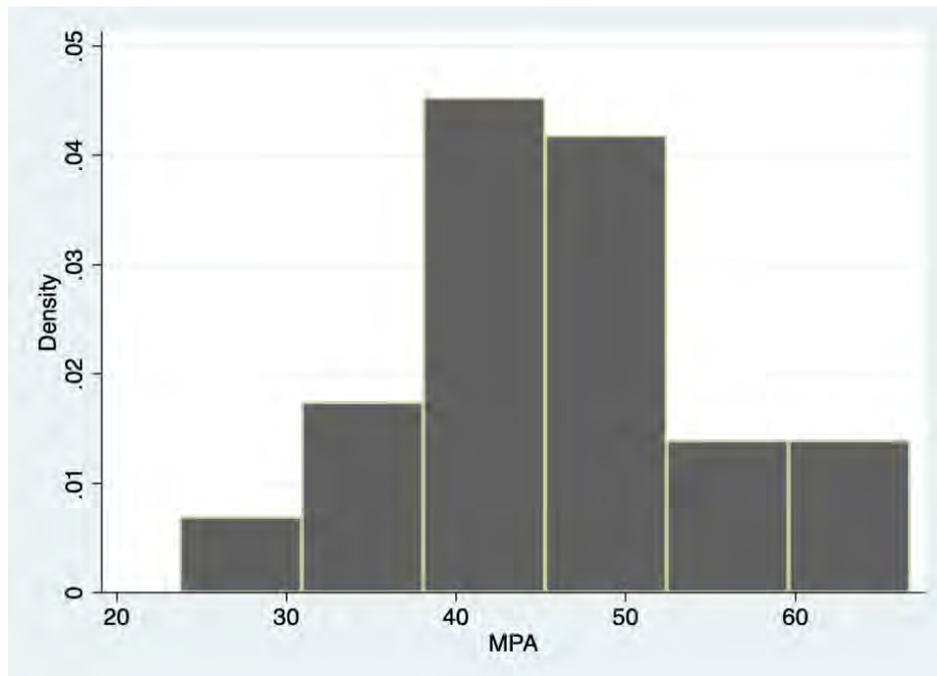


Figura 10: Histograma representando a distribuição dos dados de RU (MPa) para o adesivo CSE.

A tabela 5 apresenta os valores de média e desvio-padrão para os grupos experimentais do adesivo Clearfil SE. Os dados obtidos rejeitam a hipótese nula, e indicam existir diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p=0.0041$ ). A Figura 11 apresenta o gráfico do tipo box-plot com os dados de RU à microtração.

**Tabela 5- Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência de união (MPa) do adesivo Clearfil SE obtidos pelo teste de microtração**

Grupos	Média (DP)
<b>G1-</b> Primer: Jato ar 5s Bond: Jato ar 5s	51.3 (9.2) <sup>a</sup>
<b>G2-</b> Primer: Asp15s Bond: Asp15s	41.1 (8.4) <sup>b</sup>
<b>G3-</b> Primer: Asp15s+ Jato ar 5s Bond: Asp 15s + Jato Ar 5s	51.1 (7.3) <sup>a</sup>
<b>G4-</b> Primer: Jato ar 5s Bond: Asp15s	39.9 (9.0) <sup>b</sup>

Letras minúsculas iguais denotam ausência de diferença estatística significativa entre as médias ( $p > 0,05$ ) e letras minúsculas diferentes presença de diferença estatística significativa entre as médias ( $p < 0,05$ ).

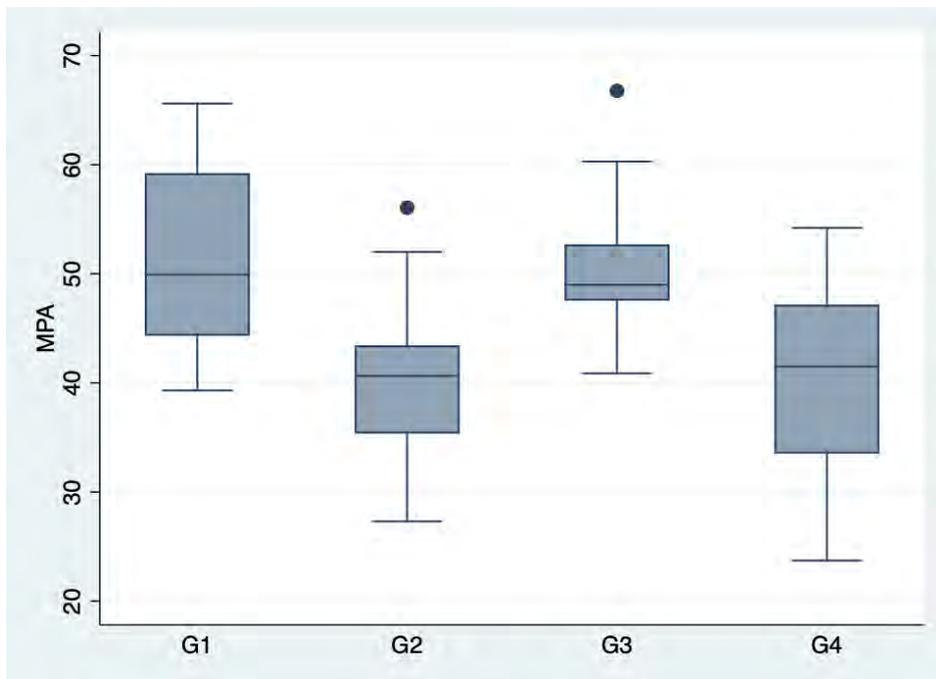


Figura 11: Gráfico do tipo box-plot representado os valores de Ru (MPa) dos grupos experimentais do adesivo CSE.

### 4.1.3 Adesivo SB Universal

Histograma demonstrando os valores de RU para o adesivo SB Universal (Figura 12); foi observado distribuição normal dos dados ( $p=0.61$ ).

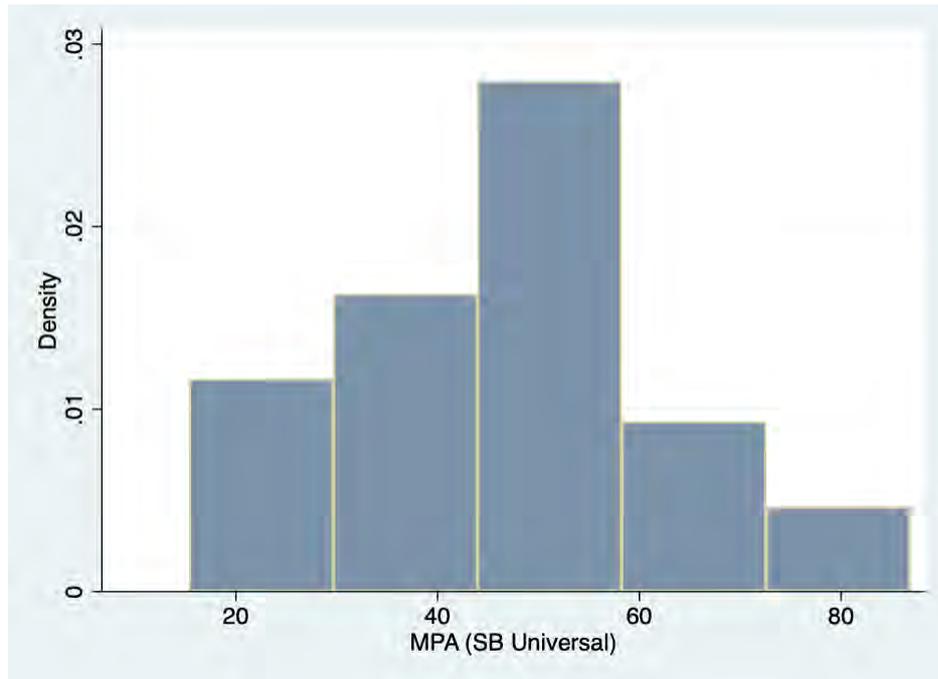


Figura 12: Histograma representando a distribuição dos dados de RU (MPa) para o adesivo SBU.

A tabela 6 apresenta os valores de media e desvio-padrão para os grupos experimentais do adesivo Single Bond Universal. Os dados obtidos rejeitam a hipótese nula, e indicam existir diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p=0.019$ ). A Figura 13 apresenta o gráfico do tipo box-plot com os dados de RU à microtração.

**Tabela 6- Média e desvio padrão (DP) dos valores de resistência de união (MPa) do adesivo SB Universal obtidos pelo teste de microtração**

Grupos	Média (DP)
<b>G1- Jato ar 5s</b>	49.1 (16.9) <sup>a</sup>
<b>G2- Asp15s</b>	38.7 (16.4) <sup>b</sup>
<b>G3- Asp15s+ Jato ar 5s</b>	49.9 (15.8) <sup>a</sup>

Letras minúsculas iguais denotam ausência de diferença estatística significativa entre as médias ( $p > 0,05$ ) e letras minúsculas diferentes presença de diferença estatística significativa entre as médias ( $p < 0,05$ ).

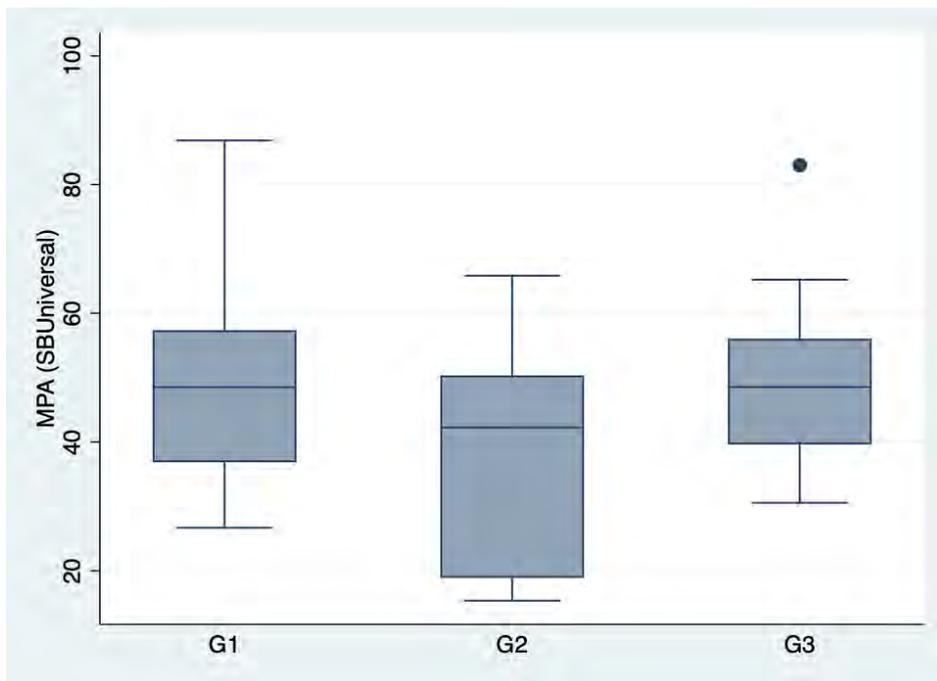


Figura 13: Gráfico do tipo box-plot representado os valores de RU (MPa) dos grupos experimentais do adesivo SBU.

## 4.2 RESULTADO DOS PADRÕES DE FRATURA DAS AMOSTRAS

### 4.2.1 Microscopia óptica

As Figuras 14 - A, B, C e D realizadas com câmera de celular (Iphone X, Apple Inc., Cupertino, CA, USA) acoplado à lupa estereoscópica com ampliação de 6,5-10 vezes (Leica MS5, Leica Microscopy Systems Ltd; Heerbrugg, Suíça) mostram a análise de superfície imediata após teste de microtração.

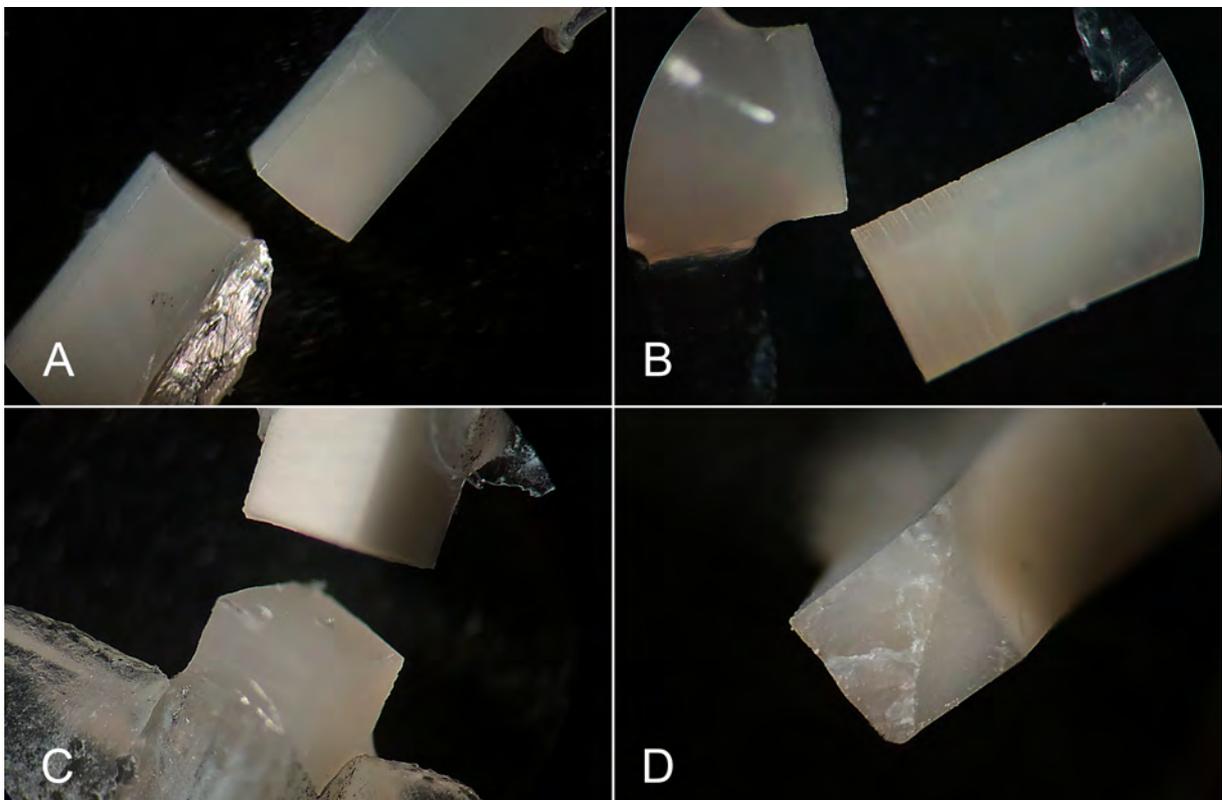


Figura 14: Modo de fratura dos espécimes após ensaio de microtração e classificação das fraturas. A) fratura coesiva em dentina; B) fratura coesiva em resina; C) Fratura adesiva; D) fatura mista.

### 4.2.2 Resultados da distribuição do padrão de fratura observado em microscopia óptica.

As distribuições do padrão de fratura de todos os espécimes, inclusive as falhas pré-teste (FPT) foram contabilizados, (Anexo III). Porém as FTP não foram incluídas na análise estatística. Os todos os palitos utilizados para análise estatística se encontram na Tabela 7 e Figura 15.

**Tabela 7- Análise da distribuição dos padrão de fratura, em número e porcentagem, das amostras incluídas na estatística de cada grupo experimental**

FALHA	OPT - G1	OPT - G2	OPT - G3	OPT - G4	CSE - G1	CSE - G2	CSE - G3	CSE - G4	SBU - G1	SBU - G2	SBU - G3
Mista	2 (4%)	2 (4%)	5 (9%)	7 (13%)	3 (5%)	5 (10%)	4 (8%)	5 (9%)	4 (7%)	3 (5%)	7 (12%)
C.Dentina	6 (11%)	7 (13%)	6 (11%)	10 (18%)	9 (16%)	4 (8%)	7 (13%)	4 (7%)	10 (18%)	7 (12%)	5 (9%)
C.Resina	2 (4%)	2 (4%)	1 (2%)	3 (5%)	4 (7%)	3 (6%)	5 (9%)	1 (2%)	3 (5%)	1 (2%)	4 (7%)
Adesiva	46 (82%)	44 (80%)	42 (78%)	36 (64%)	41 (72%)	40 (77%)	37 (70%)	45 (82%)	40 (70%)	47 (81%)	42 (72%)
<b>TOTAL</b>	<b>56 (100%)</b>	<b>55 (100%)</b>	<b>54 (100%)</b>	<b>56 (100%)</b>	<b>57 (100%)</b>	<b>52 (100%)</b>	<b>53 (100%)</b>	<b>55 (100%)</b>	<b>57 (100%)</b>	<b>58 (100%)</b>	<b>58 (100%)</b>

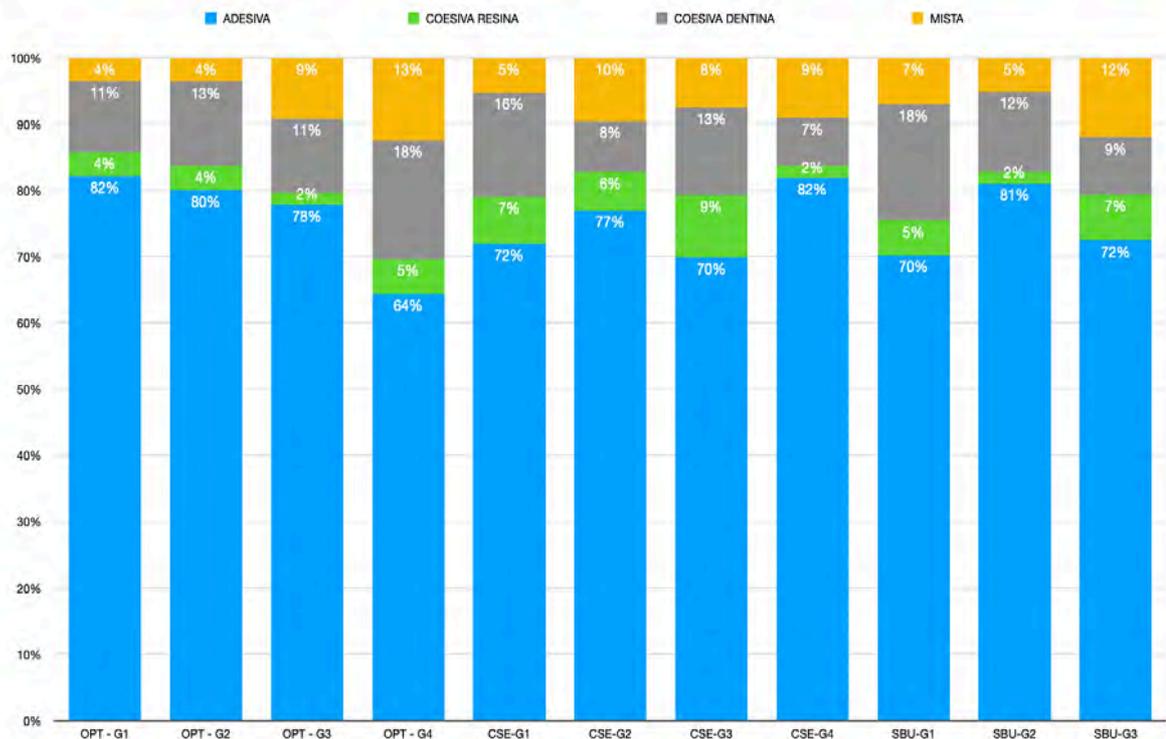


Figura 15: Porcentagem (%) dos padrões de fratura dos espécimes analisados estatisticamente.

### 4.3 MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA (MEV)

Amostras representativas de cada tipo de fratura foram previamente metalizadas em dispositivo de revestimento por pulverização catódica a alto vácuo - Leica EM SCD 500 (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) e analisadas em Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV) (JEOL, Tóquio, Japão).

#### 4.3.1 Análise qualitativa da MEV do sistema Optibond FL.

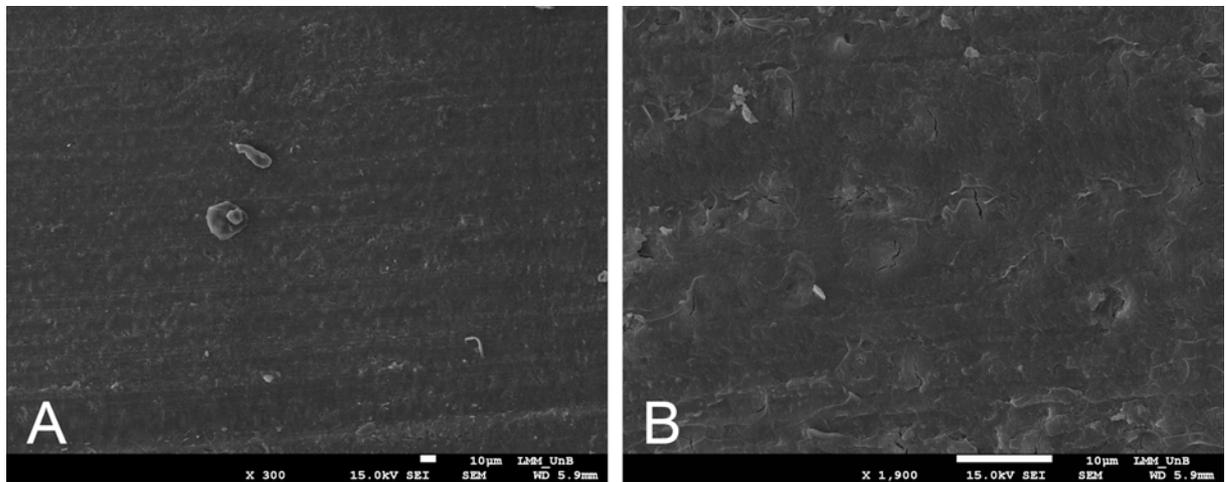


Figura 16: OPT-G1 Fratura adesiva. A) Aspecto da fratura adesiva em aumento de 300x; B) Superfície dentinária desamente recoberta pelo sistemas adesivo OPT em aumento de 1.900x.

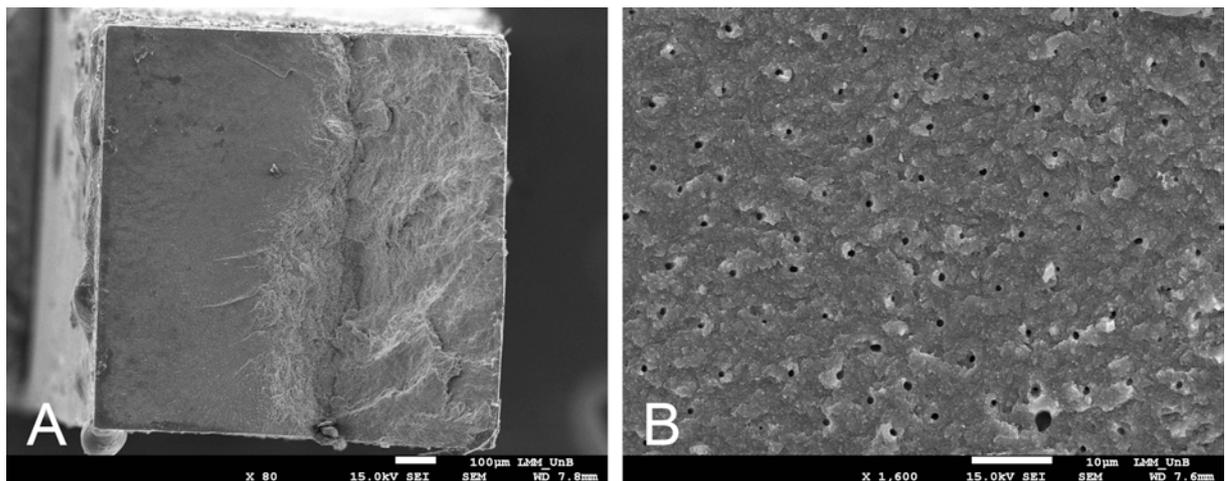


Figura 17: OPT-G2 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 80x; B) Vista aproximada da superfície dentinária com os túbulos dentinários não recobertos pelo adesivo em aumento de 1600X.

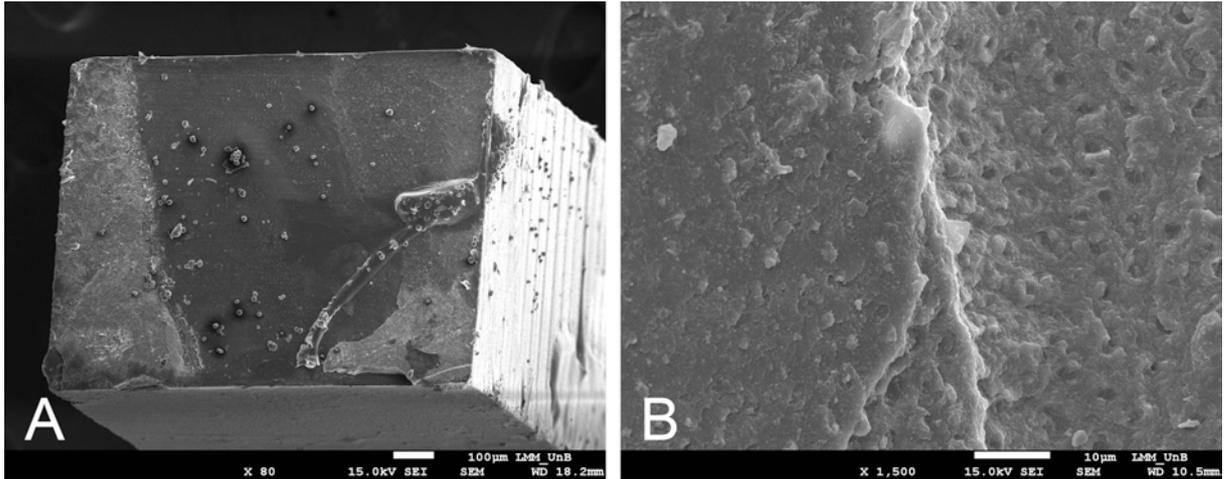


Figura 18: OPT-G3 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 80x; B) Vista aproximada evidenciando metade da superfície em resina e metade em túbulos dentínários parcialmente recobertos pelo sistema adesivo em aumento de 1500X.

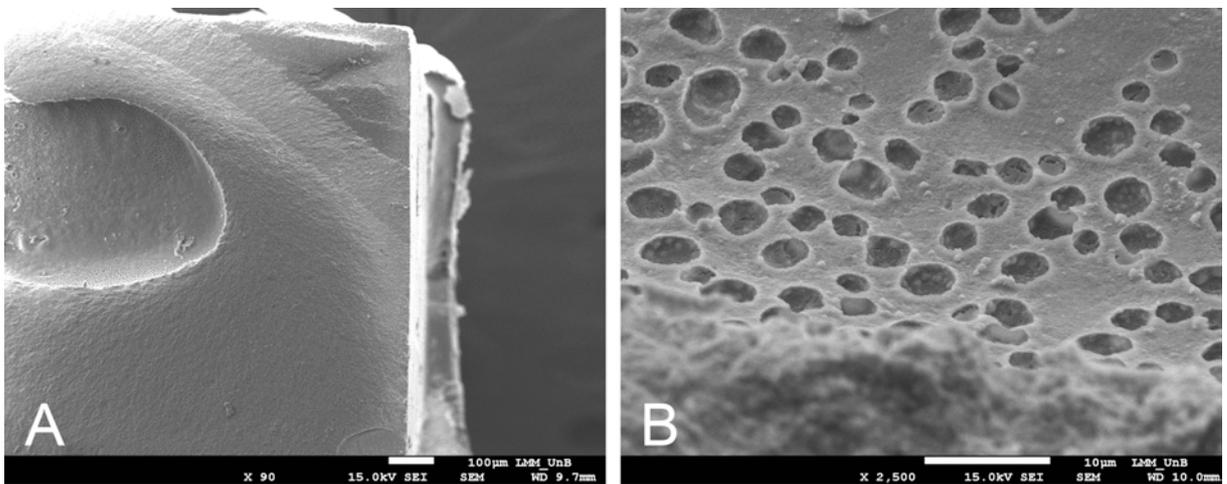


Figura 19: OPT-G4 Fratura coesiva em resina. A) Aspecto da fratura predominantemente coesiva em resina em aumento de 90x; B) Vista aproximada da região onde ocorreu a falha, visualização da ocorrência de múltiplas bolhas na camada adesiva em aumento de 2500X.

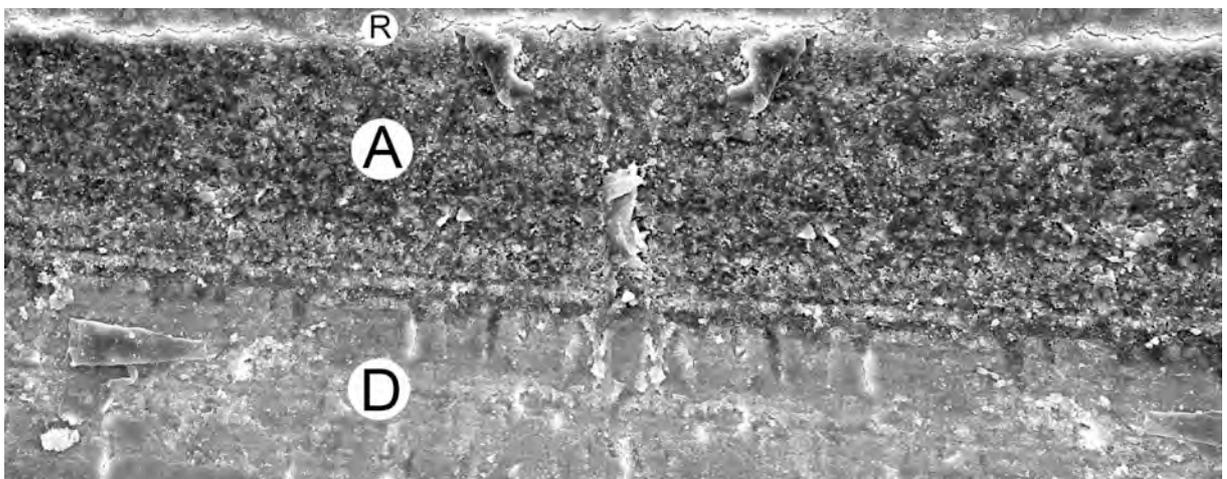


Figura 20: Morfologia da interface dentina(D)-adesivo(A)-resina(R) do grupo OPT-G3 em aumento de 1000x. Presença de tag resinosos em toda a superfície dentinária. Espessura média da camada adesiva de 50µm.

#### 4.3.2 Análise qualitativa da MEV do sistema Clearfill SE.

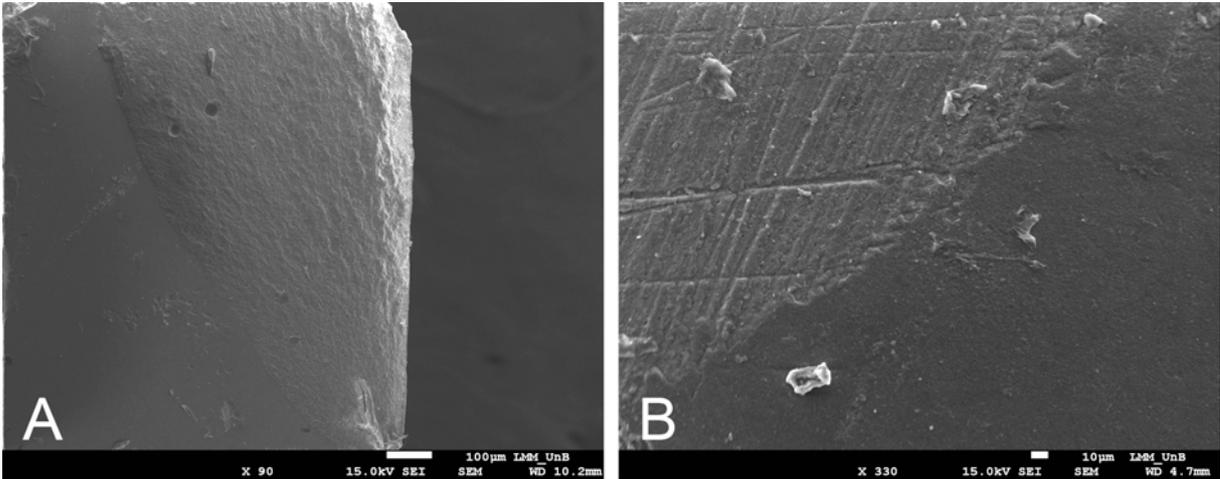


Figura 21: CSE-G1 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 90x; B) Vista aproximada da superfície dentinária parcialmente recoberta pelo sistema adesivo em aumento de 330X.

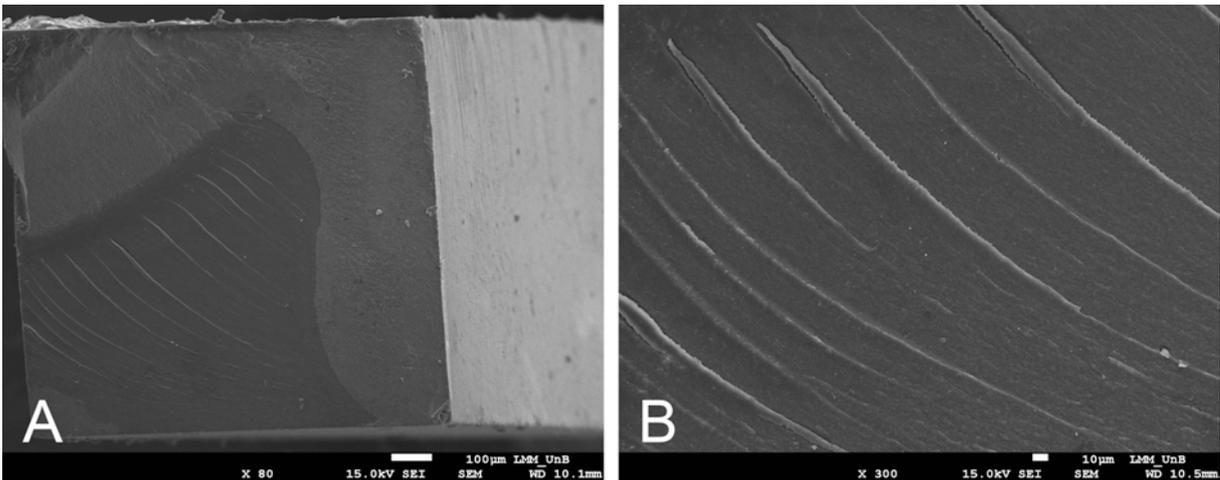


Figura 22: CSE-G2 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 80x; B) Vista aproximada evidenciando a superfície dentinária recoberta pelo adesivo em aumento de 300X.

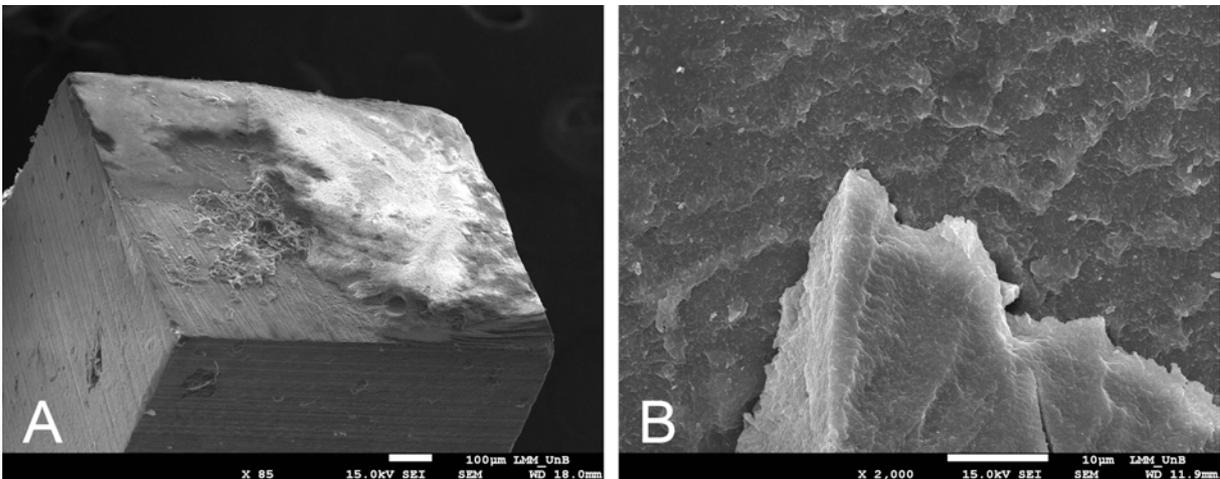


Figura 23: CSE-G3 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 85x; B) Vista aproximada evidenciando metade da superfície em resina e metade em túbulos dentinários recoberto por adesivo em aumento de 2000X.

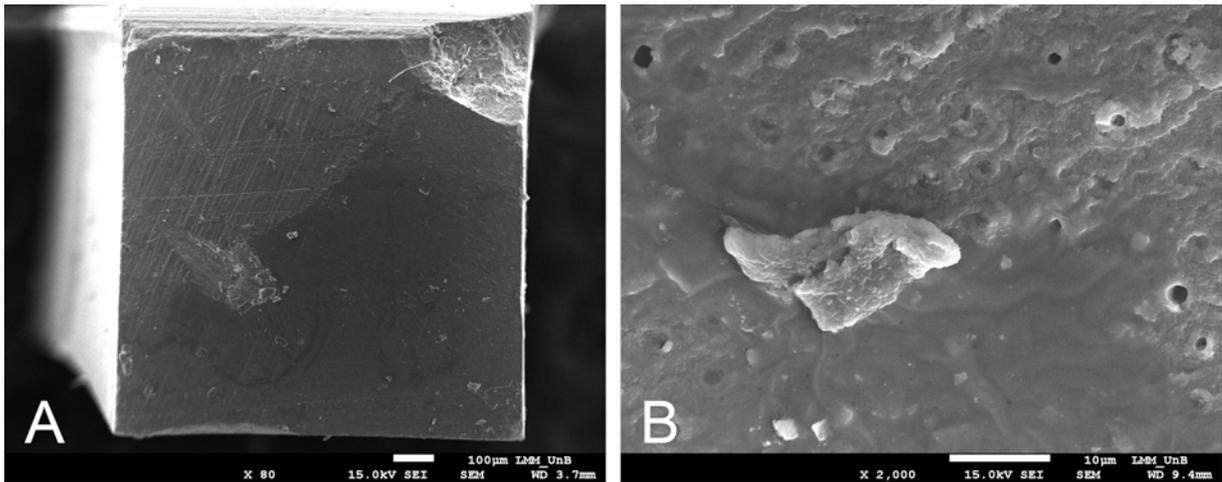


Figura 24: CSE-G4 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 80x; B) Vista aproximada da superfície dentinária parcialmente recoberta pelo sistema adesivo e presença de carga da resina composta em aumento de 2000X.

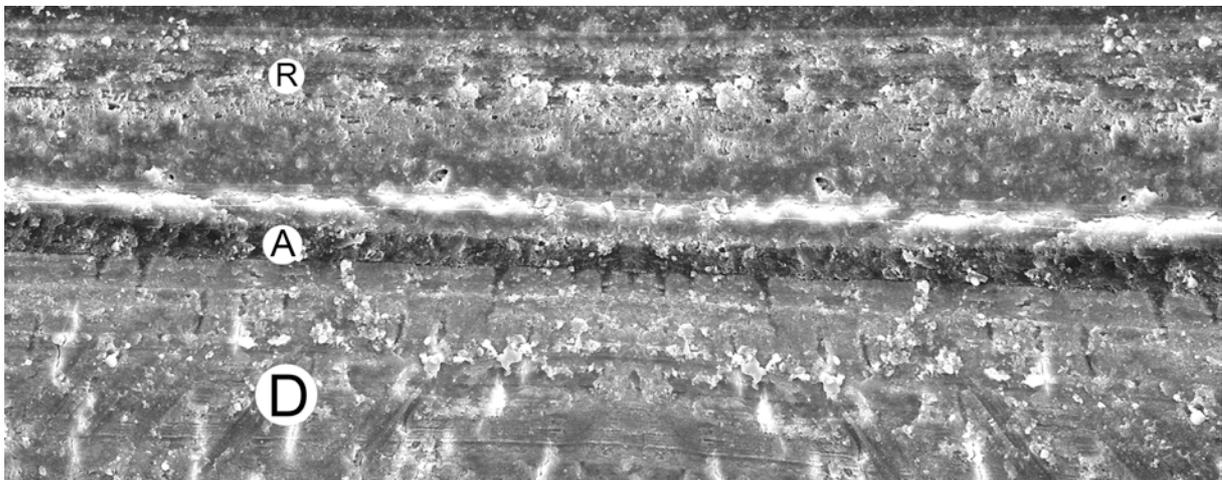


Figura 25: Morfologia da interface dentina(D)-adesivo(A)-resina(R) do grupo CSE-G1 em aumento de 1000x. Presença de tag resinosos em algumas regiões da superfície dentinária. Espessura média da camada adesiva de 12µm.

#### 4.3.3 Análise qualitativa da MEV do sistema Single Bond Universal.

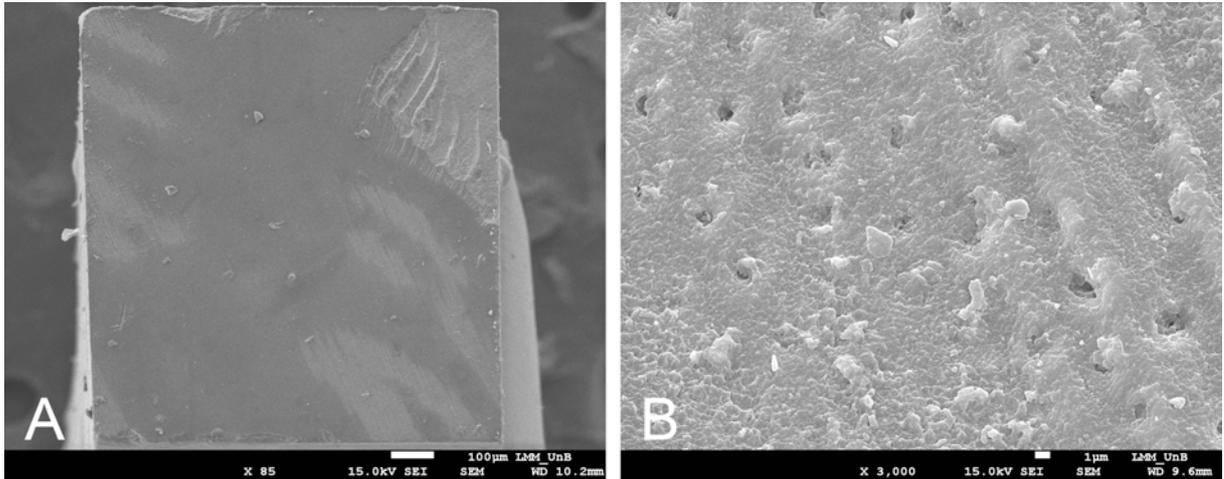


Figura 26: SBU-G1 Fratura predominantemente adesiva. A) Aspecto da fratura adesiva em aumento de 85x; B) Superfície dentinária parcialmente recoberta pelo sistemas adesivo em aumento de 3000x

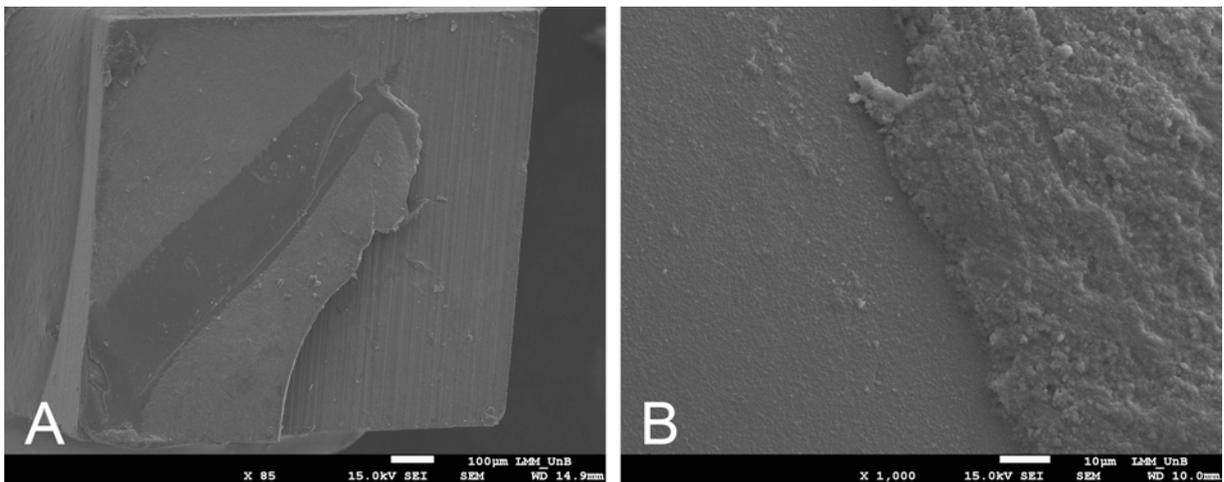


Figura 27: SBU-G2 Fratura mista. A) Aspecto da fratura mista em aumento de 85x; B) Vista aproximada evidenciando metade da superfície em resina e metade em túbulos dentinários recoberto por adesivo em aumento de 1000X.

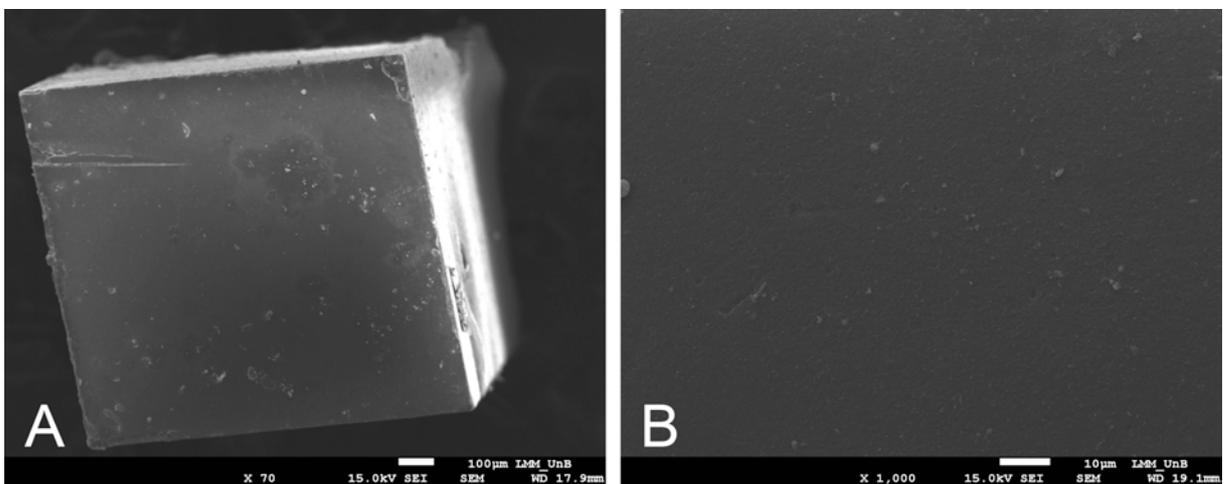


Figura 28: SBU-G3 Fratura adesiva. A) Aspecto da fratura adesiva em aumento de 70x; B) Superfície dentinária toda recoberta pelo sistemas adesivo SBU em aumento de 1000x



Figura 29: Morfologia da interface dentina(D)-adesivo(A)-resina(R) do grupo SBU-G2 em aumento de 1000x. Ausência da visualização de tag resinosos na superfície dentinária. Espessura média da camada adesiva de 18 $\mu$ m.

## 5 DISCUSSÃO

### 5.1 TESTE MECÂNICO SELECIONADO: ENSAIO DE MICROTRAÇÃO ( $\mu$ TBS)

Optou-se por utilizar, após extração, apenas terceiros molares hígidos de humanos, que foram armazenados em solução salina de Timol, de acordo com a metodologia de estudos prévios [10,11, 35]. Seguindo as diretrizes ISO/TS 11405:2003(E) sobre a utilização de dentes humanos de pacientes entre 16-40 anos de idade, a qual recomenda o armazenamento dos dentes até 6 meses após extração, para não ocorrer alterações degenerativas na estrutura dentinária [36].

Para o presente estudo o teste de  $\mu$ TBS foi selecionado, ainda que o teste de  $\mu$ SBS seja utilizado para investigações sobre a RU em dentina *in vitro* [22, 37-39], este possui maiores limitações, por distribuir a tensão de maneira não homogênea na interface adesiva. Levando a falhas coesivas e, portanto, não avaliando a área de interface adesiva. O ensaio de  $\mu$ TBS supera o de  $\mu$ SBS, pois fornece uma melhor distribuição de tensões na interface adesiva, sendo possível a obtenção de falhas exclusivamente adesivas [28]. No presente estudo, em todos os grupos experimentais o predomínio de falhas foi do tipo adesiva.

Os espécimes/palitos foram confeccionados pela técnica não amparada, que são mais fáceis de serem obtidos e menos sensíveis a trepidação do preparo, que ocorre nos espécimes em formato de ampulheta [33]. Permitindo, também, maior número de espécimes por dente. Neste estudo foram utilizados apenas dentes hígidos, sendo a adesão realizada em dentina profunda recém cortada. A RU à dentina é dependente da área de adesão e da orientação do túbulo, que tende a ser mais fraca conforme o número de túbulos por área aumenta. Sendo ainda menor na região próxima a câmara pulpar [40].

Todos os palitos de cada dente foram armazenados em *ependorff* individuais e os testes dos palitos realizados de maneira aleatória, selecionado apenas palitos íntegros. Para a realização do teste de  $\mu$ TBS a velocidade selecionada foi de 0,5mm/min, de acordo com ISO/TS 11405 que recomenda velocidade entre  $0,75 \pm 0,30$  mm/min [36].

Quanto ao método de armazenamento das amostras, após etapa de hibridização e restauração, pode ser realizado de maneira direta ou indireta. Optou-se pelo método indireto, em que os dentes restaurados são mantidos em solução aquosa durante 24 horas e só depois seccionados para o ensaio de  $\mu$ TBS. No método direto, os dentes são imediatamente cortados após a etapa de hibridização, restauração e mantidos os palitos seccionados por 24 horas em solução para então serem submetidos ao teste de microtração [41]. Nesse estudo, a análise foi realizada após armazenamento por 24 horas, em água destilada a 37°C, teste tipo 1 ISO/TS 11405:2003(E) [36]. Os palitos remanescentes foram armazenados em água destilada, em estufa a 37°C, para uma posterior análise da longevidade da interface adesiva.

## 5.2 METODOLOGIA UTILIZADA NO PREPARO DAS AMOSTRAS

Para o desenho experimental foi utilizada uma superfície plana, a qual favorece a etapa de aplicação e remoção dos excessos dos componentes, visualização e fotoativação dos sistemas adesivos. Para a padronização da *smear layer* dentinária foi utilizado um disco de lixa 600 *grit* de acordo com ISO 6344-1:1998, tamanho médio de grão ( $25,8 \pm 1 \mu\text{m}$ ) [42], sob água corrente e velocidade de 187 rpm por 60s. Em relação umidade dentária, antes da aplicação dos diferentes sistemas adesivos, a quantidade de água/umidade no substrato dentinário para que a rede de fibrilas de colágeno permaneça estável e ocorra uma melhor união, principalmente quando utilizados sistemas E&R [5, 8,17] é dependente do material selecionado. As recomendações da ISO/TS 11405:2003(E) são: remover a água visível da superfície com papel de filtro ou com jato de ar leve, isento de óleo e imediatamente antes da aplicação do sistema adesivo [36]. No presente experimento foi utilizado o papel absorvente, pois a pressão, angulação e distância da superfície do jato de ar não são informados na norma técnica.

As recomendações do fabricante do OPT indicam o cuidado para não ressecar a dentina. Nesta estratégia, E&R, o ácido fosfórico dissolve o conteúdo mineral até a profundidade de 5-10  $\mu\text{m}$ , reduzindo o teor de hidroxiapatita ao redor das fibrilas de colágeno e as deixa expostas e suspensas por água, após o enxágue. Para na

sequência através do primer, contendo solventes e monômeros hidrófilos, interagir com a unidade do substrato. Permitindo que os espaços criados entre a rede de colágeno sejam infiltrados pelos monômeros resinosos formando a camada hidrófoba [43] deste sistema. O ressecamento excessivo da dentina gera colapso da matriz colágena e conseqüentemente a diminuição da infiltração do monômero hidrófobo [44].

Não há instruções do fabricante do CSE quanto ao fator umidade na superfície pois o sistema é utilizado apenas na estratégia AC, que elimina a etapa do condicionamento ácido prévio. O fabricante do SBU indica o cuidado com a umidade, devido sua possibilidade de uso na estratégia E&R. Ambos os sistemas, CSE e SBU, contêm monômeros ácidos que reagem de uma maneira mais branda com a superfície dentinária, devido aos seus pH [7, 8]. Agem incorporando a *smear layer* e a infiltrando de maneira simultânea, facilitando a difusão do adesivo na menor área desmineralizada. A água, que é um componente integrante desses adesivos, permite que os monômeros ácidos sejam ionizados a fim de desmineralizar os substratos dentais de uma maneira mais controlada [17,45].

### 5.3 EVAPORAÇÃO DOS SOLVENTES E APLICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS

Uma boa compreensão da formulação dos sistemas adesivos fornece melhores informações sobre o correto uso clínico. Os *primers* apresentam monômeros hidrofílicos e solventes orgânicos. Os solventes possuem a função de deslocar a água presente entre as fibrilas de colágeno e participar da evaporação da água, deixando os monômeros hidrofílicos em íntimo contato com as fibrilas de colágeno [46]. A remoção da água se faz por um processo de desidratação química. A correta evaporação dos solventes desempenha um papel crucial para obtenção de união mais efetiva ao substrato dentinário [47]. A capacidade de evaporação dos solventes é diretamente dependente da sua pressão de vapor, valor em que os solventes passam do estado líquido para a fase gasosa [4].

A baixa pressão de vapor da água dificulta sua remoção da camada adesiva. Por este motivo a combinação com outros solventes é recomendada para promover melhor evaporação [48]. Esta dificuldade pode ser superada adicionando um solvente

secundário, como etanol ou acetona [4]. A pressão de vapor do etanol é mais alta que a da água, assim permitindo uma melhor evaporação durante a secagem e resultando em uma maior evaporação dos solventes. A acetona é outra opção de solvente, sua alta pressão de vapor, cerca de quatro vezes mais alta que a do etanol, é a principal vantagem. No entanto, sua alta volatilidade pode levar à redução da vida útil do adesivo, pela rápida evaporação do solvente [4].

Além do solvente que pode diferir entre os sistemas, a forma que estão presentes no sistema também influencia. Quando *primer* e adesivo hidrofóbico encontram-se no mesmo frasco (sistemas simplificados) torna-se mais difícil de se realizar a evaporação [49]. Portanto, o excesso de umidade dentinária remanescente e a evaporação não efetiva do solvente, podem levar a um fenômeno de separação de fases entre os monômeros hidrofílicos/ hidrofóbicos levando a ocorrência de bolhas e falhas na interface adesiva [43] e consequentemente reduzindo a RU à dentina.

Uma revisão sistemática com meta-análise avaliou o efeito de diferentes tempos de aplicação do jato de ar na RU de adesivos à dentina. Um menor tempo de evaporação (5–10 s), a qual é indicada pela maioria dos fabricantes, pode ser insuficiente para obter uma união estável à dentina. A evaporação por períodos mais longos (15–30 s) mostrou ser mais eficiente [13]. Porém alguns artigos mostram que o uso do jato de ar pode incorporar bolha no adesivo levando a falha na longevidade da interface adesiva [21, 38, 50].

El-Askary & Van Noort (2011) [50] investigaram o efeito da variação da pressão da seringa tríplice em bar (1 - suave, 2 - intermediária e 4 - forte), utilizada em um ângulo de 45° com a superfície dentinária, e da distância (2cm, 5cm e 10cm) na remoção do solvente de um adesivo autocondicionante de passo único. A variação da pressão e da distância em relação à superfície dentinária afetaram significativamente a RU à  $\mu$ TBS. Os melhores valores de RU foram associados a uma baixa pressão (1bar) com a maior proximidade da seringa da superfície (2cm). E a uma maior pressão (4 bar) quando o aumento da distância for utilizado (5cm). No presente estudo, utilizou-se distância do jato de ar de 5cm, em ângulo de 45° com superfície dentinária, e pressão de 3 bar (equivalente aproximadamente 43psi) em 3 diferentes sistemas E&R, AC e AU.

A utilização de jato de ar aquecido, 37-80°C, para facilitar a evaporação do solvente também já foi estudada [35, 51]. Mesmo em tempos reduzidos de aplicação do jato de ar a evaporação dos solventes foi efetiva e contribuiu para maior

durabilidade da RU em dentina, principalmente em sistemas adesivos universais [52] e autocondicionantes [35]. Porém, este efeito foi perceptível apenas em sistemas com solventes a base de álcool e água e não foi observado em adesivos à base de acetona [51]. Nos estudos laboratoriais foram utilizados secadores de cabelo, com controle da temperatura e pressão. Portanto, como ainda não existem aparelhos específicos que graduem estas variáveis dificultaria a aplicação e indicação em procedimento clínico.

Outro fator a ser considerado é a forma de aplicação. A literatura aponta melhores resultados de RU para uma aplicação ativa [53, 54]. Nos sistemas AU foi demonstrado o efeito benéfico da aplicação ativa na durabilidade de adesão e penetração do tag de resina. Com aplicação inativa a formação dos tag resinosos foi muito menor. A aplicação ativa foi eficaz em aumentar a durabilidade da união dentinária [55]. No adesivo CSE a aplicação ativa também tende a aumentar a resistência de união à dentina [53,54,56].

Deste modo, a espessura da camada híbrida é determinada pela capacidade de desmineralização da dentina pelos componentes dos sistemas adesivos [57]. Nos sistemas E&R a camada híbrida formada é mais espessa e pode ocorrer uma incompleta infiltração do adesivo na camada desmineralizada. [8, 17]. A camada híbrida dos AC e AU de pH ameno (~2) é mais delgada e rica em hidroxiapatita. Diferentes padrões de *smear layer*, remoção incompleta dos solventes. [58] e modo de aplicação dos sistemas adesivos [53-56] podem afetar a infiltração e formação da camada híbrida. Contudo, a espessura desta camada, morfologia e tamanhos dos tag de resina não refletem a capacidade de selamento da dentina [57].

Outro aspecto a ser considerado durante a técnica de aplicação é o controle do excesso do material na superfície, para evitar o empoçamento, principalmente em cavidade tipo I e tipo II nas quais há acúmulo do material em ângulos internos [10,11]. Todavia, nem a literatura nem os fabricantes são claros sobre qual a melhor forma de remover os excessos, sem que haja comprometimento da RU à dentina. [10,11]. Este estudo teve como objetivo, avaliar *in vitro*, as diferentes formas de remoção, feitas de maneira isolada tanto do primer, adesivo puro e primer/adesivo.

A sucção com cânula de aspiração é uma alternativa ao jato de ar para o controle do excesso do material na superfície. Magne e colaboradores (2008) [10] compararam a cânula de sucção, a 0,5cm da superfície da dentina, com o jato de ar a 2,5cm de distância, em cavidades MOD e planas para a remoção dos excessos de umidade da dentina e após aplicação dos componentes do OPT. E como resultado

não houve diferença entre os grupos experimentais para a RU em 24h. Os resultados sugerem que a cânula de sucção é um potencial método para controle de umidade durante o procedimento de união do sistema OPT.

Em relação a aplicação apenas da etapa do adesivo puro (Bond), alguns fabricantes não abordam sobre a remoção do excesso do material. Nas instruções orientam que a fotopolimerização deve ser realizada imediatamente após aplicação do sistema adesivo [11]. Outros fabricantes sugerem a remoção com suave jato de ar, mas sem detalhamento do tempo, pressão ou distância da superfície. Há dados que mostram a influencia negativa do jato de ar nesta etapa [21] e outros apontam que o excesso desta camada é prejudicial à RU além de levar a manchas na interface [23].

Menezes e colaboradores (2013) [11] compararam jato de ar e microaplicador seco na remoção de excessos da camada hidrófoba, adesivo puro, dos sistemas adesivos: CSE e Adper Scotchbond Multipurpose (E&R, de 3 etapas/passos). Avaliaram a resistência de união e a espessura da camada adesiva formada. A etapa do primer foi realizada de acordo com a recomendação dos fabricantes, evaporando o primer com jato de ar. E apenas o excesso do adesivo puro através dos grupos: G1- sem remoção do bond, G2 - jato de ar por 5 segundo G3 -microbrush seco, e G4- combinação de jato de ar 5s e microbrush seco. Observaram que a imediata polimerização da etapa do adesivo puro, sem remoção de excessos, causou redução na resistência de união. Os grupos G3 e G4 apresentaram os maiores valores de RU e não foram diferentes entre si, para os dois adesivos. Assim concluíram que a remoção do excesso do *bond* com microaplicador seco influenciou positivamente na RU de ambos os adesivos, que também apresentaram a camada adesiva mais delgada. Porém o estudo só fez avaliação imediata desta camada, dessa forma a influência da espessura da camada do adesivo na RU a longo prazo não foi avaliada

#### 5.4 ANÁLISE DOS RESULTADOS DE RU OBTIDOS NOS SISTEMAS OPT, CSE E SBU

Dentre os sistemas utilizados neste presente experimento, apenas o adesivo Optibond FL (OPT) não rejeitou a hipótese nula, indicando não existir diferença estatisticamente significativa entre os 4 grupos experimentais ( $p=0.34$ ). Os adesivos do tipo E&R de três passos, são os mais antigos sistemas da classificação por gerações [47] e continuam sendo o 'padrão ouro' em termos de RU e durabilidade em estudos laboratoriais e clínicos [18, 26]. O sistema OPT é a referência para todos os outros adesivos E&R [7,17], com excelente retenção clínica com mais de 13 anos em lesões cervicais não cariosas (LCNCs) [59].

Qualquer tipo de simplificação no procedimento de aplicação clínica destes sistemas resulta na perda da RU [60]. Entretanto, no presente estudo independente da estratégia de remoção dos excessos do sistema OPT não houve diferença estatística significativa entre os grupos experimentais. Estes resultados também estão de acordo com os de Magne e colaboradores (2008) [10], que modificaram a forma de controle do excesso de umidade dentinária e das etapas de aplicação deste sistema.

Algumas hipóteses podem explicar o sucesso do sistema OPT e os altos valores de RU em todos os grupos experimentais do presente experimento. O primer deste sistema possui 23% em volume de água e 29% de álcool [61] e existe uma clara orientação do fabricante quanto a utilização de forma ativa e a manutenção da umidade dentinária. No OPT, o solvente está presente apenas no primer, não no adesivo hidrófobo [47]. O adesivo hidrófobo possui alta concentração de carga de preenchimento (48 vol%) e alta viscosidade [61], que atua absorvendo parte da contração de polimerização durante a fotoativação do material [62].

Em relação ao sistema Clearfil SE Bond (CSE), este foi utilizado pela primeira vez no final de 1990. É um adesivo AC de pH suave ( $pH \approx 2$ ) de dois passos que descalcifica parcialmente a dentina a uma profundidade  $<1\mu\text{m}$ . Mantendo os cristais de hidroxiapatita e restos de camada de esfregaço dentro da camada híbrida [17]. Há relatos do sucesso deste sistema em trabalhos clínicos com 13 anos de acompanhamento em LCNCs [63]. Este dado pode ser resultado da presença de seu monômero químico, o 10-MDP que está associado a um maior desempenho na RU para sistemas adesivos AC de pH ameno [19, 64]. Além da presença do adesivo

hidrofóbico em frasco isolado que torna camada híbrida menos solúvel [43]. Nas orientações do fabricante, não há informação sobre a aplicação ativa, a qual foi realizada para padronização da aplicação de todos os sistemas. Um estudo mostrou que a aplicação ativa de sistemas adesivos CSE tende a aumentar a resistência de união à dentina [53, 56].

Os dados obtidos do sistema CSE rejeitam a hipótese nula, e indicaram existir diferença estatisticamente significativa entre os grupos ( $p=0.0041$ ). Observou-se que o CSE-G1 (primer e adesivo com uso de jato de ar) e CSE-G3 (primer e adesivo com a combinação jato de ar e sucção) apresentaram os maiores valores de RU e não foram diferentes entre si. No entanto, os grupos que não utilizaram jato de ar tanto na etapa do adesivo (CSE-G4) quanto na etapa do primer e adesivo (CSE-G2) apresentaram os menores valores de resistência de união, e foram estatisticamente inferiores aos Grupos 1 e 3 deste sistema. Observou-se também a presença de álcool na composição química frasco de adesivo puro/bond (Tabela 3). Portanto, quando a aplicação ativa for realizada parece haver necessidade de realizar jato de ar por pelo menos 5s, para que ocorra evaporação mais efetiva do solvente, na tanto na camada de primer quanto na de *bond*

O sistema SBU foi o primeiro sistema AU comercial introduzido no mercado, por este motivo é o sistema, desta categoria, mais estudado *in vitro* e clinicamente [7,17]. Um ensaio clínico randomizado, de 5 anos, apresentou que o comportamento clínico do SBU torna este adesivo o padrão-ouro atual para os AU. E indicou o uso de condicionamento seletivo do esmalte na estratégia de autocondicionamento, em situações em que há esmalte adjacente [65]. No presente experimento o substrato era apenas dentina, portanto foi utilizado apenas na estratégia AC. Os dados obtidos para este sistema rejeitaram a hipótese nula, e indicaram existir diferença estatisticamente significativa entre os grupos experimentais utilizados ( $p=0.019$ ).

Uma revisão sistemática com meta-análise de estudos *in vitro* demonstrou que a aplicação do AU utilizando estratégias adicionais, diferentes das recomendações dos fabricantes, podem ser benéficas na RU à dentina [66]. Estudos mostram a importância do modo de aplicação e evaporação efetiva dos solventes nestes sistemas. Seja utilizando jato de ar aquecido [51, 52] ou jato de ar prolongado [12, 67] que aumentaram significativamente a RU dos adesivos à base de etanol, tanto imediato quanto a longo prazo [68]. E também pela aplicação ativa destes por um maior período ao indicado pelas bulas, pois a redução no tempo de aplicação

prejudicou tanto a RU imediata quanto tardia [66]. Comparando grau de penetração em dentina e formação dos *tag* resinosos devido ao modo aplicação dos AU sem condicionamento ácido prévio, a aplicação ativa foi eficaz em aumentar a penetração, a formação dos *tag* resinosos e a durabilidade da união dentinária dos adesivos universais [55]. Quanto ao benefício da aplicação de uma camada adicional hidrofóbica, como indicado em adesivo AC de uma etapa, a literatura aponta resultados controversos e ausência de consenso para os AU [7].

A menor média geral de RU foi observada no grupo SBU-G2 (apenas com aspiração/sucção, 38.7 MPa), no qual o jato de ar não foi utilizado. Sendo este resultado estatisticamente inferior aos SBU-G1 e SBU-G3. O SBU contém monômeros hidrofílicos e podem conter até 10-15% de água em sua composição. Essa água é o componente que permite os monômeros ácidos sejam ionizados e desencadeiem a descalcificação do substrato pelo grupo fosfato quando o adesivo é usado no modo AC [6]. Por este motivo o jato de ar parece ser uma importante etapa para evaporar a quantidade água presente no sistema.

Observou-se que o SBU-G1 (uso de jato de ar) e SBU-G3 (combinação jato de ar e aspiração) apresentaram os maiores valores de RU e não foram diferentes entre si (49.1 MPa e 49.9 MPa respectivamente). Os altos valores de RU imediata podem ser explicados pela aplicação ativa, evaporação do solvente e por o sistema SBU possuir pH ameno e dois mecanismos funcionais químicos de união, através do ácido poliaquenóico e o monômero MDP. A controlada desmineralização da dentina e manutenção da hidroxiapatita na superfície dentinária, favorecem aos monômeros funcionais formarem uma ligação química estável com o cálcio [6,8] e ajudam a explicar a boa taxa de retenção deste sistema simplificado quanto utilizado de forma AC em dentina [6, 8, 65].

Em estudos laboratoriais, o envelhecimento artificial é essencial para avaliar a durabilidade da RU e a degradação hidrolítica [69] dos materiais utilizados e da interface adesiva. Esta é uma limitação temporária atual do presente experimento. Ciclagem térmica e armazenamento em meio líquido a longo prazo (a 37°C) são os métodos mais utilizados e comuns para envelhecimento artificial [25]. Um estudo comparou a influência do armazenamento e envelhecimento em saliva artificial com a água destilada na RU à microtração. Verificou-se que a diminuição na RU dos três adesivos foi significativamente maior em água destilada do que em saliva artificial. E os modos de falha predominantes foram adesivos [70]. Em relação ao uso da saliva

natural, analisar as exatas propriedades é praticamente impossível, devidos alterações constantes de pH, temperatura e componentes. O que torna a saliva natural inapropriada para uso em estudos padronizados *in vitro*. A saliva artificial e a água destilada fornecem maior estabilidade e pH constante e as torna mais compatível com testes padronizados [71]. Optou-se por utilizar água destilada e armazenamento em estufa à 37°C para o armazenamento das amostras remanescentes.

Embora os testes laboratoriais não representem a real situação de um estudo ou atendimento clínico são importantes para prever resultados [72]. Sugere-se realizar outros estudos laboratoriais utilizando a cânula de sucção associado ao jato de ar em outros sistemas adesivos, principalmente em AU e AC. Também avaliar a variação da espessura da camada híbrida e a influencia do envelhecimento. Além da realização de estudos clínicos randomizados para que se possam comparar os resultados obtidos. Pode-se esperar alguma diferença entre os resultados deste estudo *in vitro* aos obtidos clinicamente.

## 6 CONCLUSÃO

Considerando as limitações do presente estudo *in vitro*, conclui-se que o uso de estratégias adicionais às recomendadas pelos fabricantes, como cânulas de sucção associadas ao jato de ar, para o sistema SBU e CSE melhoram e/ou mantêm bons valores de RU à dentina. Podendo ser uma interessante estratégia em cavidades nas quais há o favorecimento de acúmulo do material, como classe I e II. E não influenciam nos resultados de RU do sistema adesivo convencional OPT. No entanto, mais estudos são necessários para verificar a influência dessas estratégias na espessura da camada e degradação hidrolítica a longo prazo nestes sistemas e em outros AC e AU.

## REFERÊNCIAS

- 1 Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34:849-85.
- 2 Black GV. *Operative dentistry.* Chicago: Medico-Dental Publishing; 1908:63-121.
- 3 Hayashi M. Adhesive Dentistry: Understanding the Science and Achieving Clinical Success. *Dent Clin North Am.* 2020;64(4):633-43.
- 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;28(26):3757–85.
- 5 Bedran-Russo A, Leme-Kraus AA, Vidal CMP, Teixeira EC. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth-Adhesive Interface. *Dent Clin North Am.* 2017;61(4):713-31.
- 6 Perdigão J, Swift EJ. Universal Adhesives. *J Esthet Restor Dent.* 2015;27:331–34.
- 7 Perdigão J, Araujo E, Ramos RQ, Gomes G, Pizzolotto L. Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. *J Esthet Restor Dent.* 2021;1:51-68.
- 8 Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2020;22(1):7-34.
- 9 Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28:215–235.
- 10 Magne P, Mahallati R, Bazos P, So WS. Direct dentin bonding technique sensitivity when using air/suction drying steps. *J Esthet Restor Dent.* 2008;20(2):130-8.
- 11 de Menezes FC, da Silva SB, Valentino TA, Oliveira MA, Rastelli AN, Conçalves LS. Evaluation of bond strength and thickness of adhesive layer according to the

techniques of applying adhesives in composite resin restorations. *Quintessence Int.* 2013;44(1):9-15.

12 Fu J, Saikaew P, Kawano S, Carvalho RM, Hannig M, Sano H, Selimovic D. Effect of air-blowing duration on the bond strength of current one-step adhesives to dentin. *Dent Mater.* 2017;33(8):895-903.

13 Mohamed MA, Alrahlah A, Matinlinna JP, Hamama HH. Effect of adhesive air-drying time on bond strength to dentin: A systematic review and meta-analysis, *Int J Adhes Adhe.* 2019;90:154-162.

14 Pashley DH, Ciucchi B, Sano H. Dentin as a bonding substrate. *Dtsch Zahnärztl Z.* 1994;49:1-4.

15 Pashley DH. Dentin: a dynamic substrate-a review. *Scanning Microsc.* 1989;3:161-74.

16 Dressano D, Salvador MV, Oliveira MT, Marchi GM, Fronza BM, Hadis M, Palin WM, Lima AF. Chemistry of novel and contemporary resin-based dental adhesives. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020;110:103875.

17 Perdigão J. Current perspectives on dental adhesion: Dentin adhesion - not there yet. *Jpn Dent Sci Rev.* 2020;56(1):190-207.

18 Peumans M, De Munck J, Mine A, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives for the restoration of non-cariou cervical lesions. A systematic review. *Dent Mater.* 2014;30:1089-1103.

19 Carrilho E, Cardoso M, Ferreira MM, Marto CM, Paula A, Coelho AS. 10-MDP based dental adhesives: Adhesive interface characterization and adhesive stability - A systematic review. *Materials.* 2019;12(5):1-18.

20 Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater.* 2005;21(10):895–910.

21 Hilton TJ, Schwartz RS. The effect of air thinning on dentin adhesive bond strength. *Oper Dent.* 1995;20(4):133-7.

- 22 Retief DH, Wendt SL, Bradley EL. Effect of adhesive thickness on the shear bond strength of Scotchbond 2/Silux to dentin. *Am J Dent*. 1989;2:341–344.
- 23 D’Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*. 2009;11:109–115.
- 24 Retief DH. Standardizing laboratory adhesion tests. *Amer J Dent*. 1991;4(5):231-6.
- 25 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 ( $\mu$ TBS) approach. *Dent Mater*. 2017;33(2):133-143.
- 26 De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Peumans M, Van Meerbeek B. Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding. *J Dent Res*. 2012;91(4):351-7.
- 27 Sano H, Shono T, Sonoda H, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*. 1994;10(4):236-240.
- 28 Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay F. The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent*. 1999;1(4):299-309.
- 29 Griffith AA. The phenomena of rupture and flow in solids. *Phil Trans Roy Soc London*. 1920;A221:168-198.
- 30 Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of Dentin bonding agents; A Review. *Dent Mater*. 1995;11:117-125.
- 31 Roeder L, Pereira PN, Yamamoto T, Ilie N, Armstrong S, Ferracane J. Spotlight on bond strength testing--unraveling the complexities. *Dent Mater*. 2011;27(12):1197-203.
- 32 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 ( $\mu$ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017;33(2):133-43.

33 Sano H, Chowdhury AFMA, Saikaew P, Matsumoto M, Hoshika S, Yamauti M. The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. *Jpn Dent Sci Rev.* 2020;56(1):24-31.

34 Garcia FCP, D'Alpino PHP, Terada RSS, Carvalho RM. Testes mecânicos para a avaliação laboratorial da união resina/ dentina. *Rev Fac Odontol Bauru.* 2002;10:118-27.

35 Garcia FC, Almeida JC, Osorio R, Carvalho RM, Toledano M. Influence of drying time and temperature on bond strength of contemporary adhesives to dentine. *J Dent.* 2009;37(4):315-20.

36 International Organization for Standardization. Dental materials: Testing of adhesion to tooth structure. Technical specification no. 11405; 2003.

37 Sadr A, Shimada Y, Tagami J. Effects of solvent drying time on micro-shear bond strength and mechanical properties of two self-etching adhesive systems. *Dent Mater* 2007;23:1114–9.

38 El-Askary FM, Nassif MS, Andrade AM, Reis A, Loguercio AD. Effect of surface area and air-drying distance on shear bond strength of etch-and-rinse adhesive. *Braz Oral Res.* 2012;26(5):418-23.

39 Daneshmehr L, Ozer F, Mante FK, Blatz MB. Relationship between air-blowing duration and bond strengths of three adhesive systems to dentin after thermal aging. *Dent Mater J.* 2013;32:767–74.

40 Carvalho RM, Fernandes CA, Villanueva R, Wang L, Pashley DH. Tensile strength of human dentin as a function of tubule orientation and density. *J Adhes Dent.* 2001;3(4):309-14.

41 Toledano M, Osorio R, Osorio E, Aguilera FS, Yamauti M, Pashley DH, Tay FR. Durability of resin–dentin bonds- Effects of direct-indirect exposure and storage media. *Dent Mater.* 2007;23:885–892

42 International Organization for Standardization, Coated abrasives — Grain size analysis — Part 1: Grain size distribution test. Technical specification no.6344-1:1998

43 Tjäderhane L. Dentin bonding: Can we make it last? *Oper Dent.* 2015;40(1):4-18.

44 Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M, Donnelly A, García-Godoy F. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. *Am J Dent.* 2007;20(1):7-20.

45 Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater.* 2001;17:296-308.

46 Carvalho RM. Adesivos dentinários fundamentos para a aplicação clínica. *Rev Dent Res.* 1998;1(2):62-96

47 Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011;27(1):1-16.

48 Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent.* 1998;26(2):147-56.

49 Ikeda T, De Munck J, Shirai K, et al. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. *Dent Mater* 2005;21:1051–8.

50 El-Askary FS, Van Noort R. Effect of air-drying pressure and distance on microtensile bond strength of a self-etching adhesive. *J Adhes Dent.* 2011;13(2):147-53.

51 Bourgi R, Hardan L, Rivera-Gonzaga A, Cuevas-Suárez CE. Effect of warm-air stream for solvent evaporation on bond strength of adhesive systems: A systematic review and meta-analysis of in vitro studies. *Int J Adhes Adhes.* 2021;105:102794.

52 Chen Y, Yan X, Li K, Zheng S, Sano H, Zhan D, Fu J. Effect of air-blowing temperature and water storage time on the bond strength of five universal adhesive systems to dentin. *Dent Mater J.* 2021;40(1):116-122.

53 do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent*. 2009;37(1):82-90.

54 Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A, Reis A. Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine. *J Dent*. 2011;39(8):578-87.

55 Moritake N, Takamizawa T, Ishii R, Tsujimoto A, Barkmeier WW, Latta MA, Miyazaki M. Effect of Active Application on Bond Durability of Universal Adhesives. *Oper Dent*. 2019;44(2):188-99.

56-Pleffken PR, de Almeida Lourenço AP, Torres CR, Bühler Borges A. Influence of application methods of self-etching adhesive systems on adhesive bond strength to dentin. *J Adhes Dent*. 2011;13(6):517-25.

57 Tran XV, Tran KQ. Microleakage and characteristics of resin-tooth tissues interface of a self-etch and an etch-and-rinse adhesive systems. *Restor Dent Endod*. 2021;46(2):e30.

58 Kenshima S, Francci C, Reis A, Loguercio AD, Filho LE. Conditioning effect on dentin, resin tags and hybrid layer of different acidity self-etch adhesives applied to thick and thin smear layer. *J Dent*. 2006;34: 775–83.

59 Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, et al. A 13-year clinical evaluation of two three-step etch-and-rinse adhesives in non- carious class-V lesions. *Clin Oral Investig*. 2012;16:129-37.

60 De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005;84(2):118-32.

61 Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, Robinson SJ. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res*. 1998;77(1):50-9.

62 Van Meerbeek B, Willems G, Celis JP, Roos JR, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res*. 1993;72(10):1434-42.

63 Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Van Meerbeek B. Thirteen-year randomized controlled clinical trial of a two-step self-etch adhesive in non-carious cervical lesions. *Dent Mater.* 2015; 31: 308- 14.

64 Fehrenbach J, Isolan CP, Münchow EA. Is the presence of 10-MDP associated to higher bonding performance for self-etching adhesive systems? A meta-analysis of in vitro studies. *Dent Mater.* 2021;37(10):1463-85.

65 de Paris Matos T, Perdigão J, de Paula E, Coppla F, Hass V, Scheffer RF, Reis A, Loguercio AD. Five-year clinical evaluation of a universal adhesive: A randomized double-blind trial. *Dent Mater.* 2020;36(11):1474-85.

66 Hardan L, Bourgi R, Kharouf N, Mancino D, Zarow M, Jakubowicz N, Haikel Y, Cuevas-Suárez CE. Bond Strength of Universal Adhesives to Dentin: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Polymers (Basel).* 2021;13(5):814.

67 Saikaew P, Matsumoto M, Chowdhury A, Carvalho RM, Sano H. Does Shortened Application Time Affect Long-Term Bond Strength of Universal Adhesives to Dentin? *Oper Dent.* 2018;43(5):549-58.

68 Saikaew P, Fu J, Chowdhury AFMA, Carvalho RM, Sano H. Effect of air-blowing time and long-term storage on bond strength of universal adhesives to dentin. *Clin Oral Investig.* 2019;23(6):2629-35.

69 Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010;26:100-21

70 El-Deeb HA, Daifalla LE, Badran OI, Mobarak EH. Bond Strength Durability of Different Adhesives to Dentin After Aging in Two Different Solutions. *J Adhes Dent.* 2016;18(4):303-9.

71 Leung VW, Darvell BW. Artificial salivas for in vitro studies of dental materials. *J Dent.* 1997;25(6):475-84.

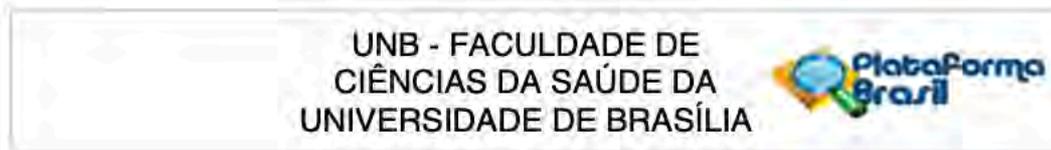
72 Sirisha K, Rambabu T, Shankar YR, Ravikumar P. Validity of bond strength tests: A critical review: Part I. *J Conserv Dent.* 2014;17(4):305-11.

## **PRESS RELEASE**

A técnica de aplicação dos sistemas adesivos é uma etapa crucial para determinar o sucesso do procedimento restaurador. A literatura e a bula dos fabricantes de materiais dentários não são claros quanto as orientações de remoção do excesso dos sistemas adesivos, durante a realização de procedimentos adesivos/restauradores. Esse passo operatório pode influenciar no desempenho clínico das restaurações realizada nos dentes. Dessa forma, o presente estudo laboratorial teve como objetivo avaliar a influência de técnicas de secagem/sucção do excessos de três sistemas adesivos, aplicados em superfície de dentina, na resistência de união dente-adesivo-resina em 24 horas. Os resultados mostraram haver diferença significativa em dois sistemas adesivos. Mais estudos ainda são necessários para a recomendação clínica desses protocolos de secagem/sucção, mas são possibilidades promissoras e de grande relevância clínica para o sucesso das restaurações adesivas.

## ANEXOS

### ANEXO I – Aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa



#### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

##### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DA UNIÃO DA INTERFACE ADESIVA COM O USO DE TÉCNICAS DE SECAGEM/SUCÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS

**Pesquisador:** Patrícia Ferronato Araújo

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 39299720.5.0000.0030

**Instituição Proponente:** Departamento de Odontologia - Faculdade de Ciências da Saúde - UNB

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

##### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 4.424.468

##### Apresentação do Projeto:

Conforme projeto da Plataforma Brasil:

"Resumo:

A técnica de aplicação do sistema adesivo é uma etapa crucial para determinar o sucesso e longevidade do procedimento restaurador. A fase de remoção dos excessos de adesivo, após evaporação do solvente, é geralmente, realizada por jato de ar, podendo ser utilizado outros dispositivos. Dessa forma, o objetivo do presente trabalho será o de avaliar in-vitro a resistência de união à dentina, após aplicação de diferentes protocolos de remoção dos excessos de adesivo, imediato (24hs) e a curto prazo (4 meses) de sistemas adesivos convencionais de 3 e 2 passos (Scotchbond Multi Purpose, 3M/ESPE; Single Bond 2.1, 3M/ESPE); autocondicionante de 2 passos (Clearfil SE Bond, Kuraray) e um sistema universal (Single Bond Universal, 3M/ESPE). Materiais e métodos: Dentes terceiros molares humanos terão a superfície dentinária exposta e restaurados de acordo diferentes técnicas de remoção dos excessos de primer; primer/adesivo e adesivo: Jato de ar (JA); Cânula de aspiração (C); Microbrush Seco (MS); Jato de ar + cânula de aspiração (JAC); Jato de ar + Microbrush Seco (JAMS) e Jato de ar prolongado (JA+). Os molares serão armazenados em água por 24h ou 4 meses. Após esse tempo, serão seccionados em palitos com dimensão de 1 mm<sup>2</sup> e submetidos ao teste de microtração (0,05mm/s). A ultra-morfologia das interfaces adesivas e o padrão de fratura serão avaliadas por meio de microscopia eletrônica de varredura. Todos os dados serão analisados por ANOVA TWO-WAY para análise das diferenças entre os

**Endereço:** Faculdade de Ciências da Saúde, Universidade de Brasília - Campus Darcy Ribeiro

**Bairro:** Asa Norte **CEP:** 70.910-900

**UF:** DF **Município:** BRASÍLIA

**Telefone:** (61)3107-1947

**E-mail:** cepfsurb@gmail.com

## ANEXO II – Termo de Consentimento Livre e Esclarecido



UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA – UNB  
 FACULDADE DE CIÊNCIAS DA SAÚDE – FS  
 PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA – PPGODT

*Termo de Consentimento Livre e Esclarecido - TCLE*

Convidamos o(a) Senhor(a) a participar voluntariamente do projeto de pesquisa “**Avaliação da resistência da união da interface adesiva com o uso de técnicas de secagem/sucção dos sistemas adesivos**”, sob a responsabilidade da pesquisadora Patricia Ferronato Araújo. O projeto é referente ao mestrado acadêmico da aluna juntamente à UnB.

O objetivo desta pesquisa é avaliar *in-vitro* a resistência de união à dentina de diversos adesivos, variando o protocolo de remoção do excesso, através do teste de microtração imediato (24hs) e a longo prazo (4 meses) visando à contribuição clínica dessa análise em benefício da atividade clínica odontológica.

O (a) senhor (a) receberá todos os esclarecimentos necessários antes e no decorrer da pesquisa e lhe asseguramos que seu nome não aparecerá sendo mantido o mais rigoroso sigilo pela omissão total de quaisquer informações que permitam identificá-lo (a).

Este trabalho não apresenta nenhuma possibilidade de danos à dimensão física, psíquica, moral, intelectual, social, cultural do ser humano, em qualquer etapa da pesquisa e dela decorrente. A sua participação se dará por meio da concessão voluntária de seus terceiros molares hígidos extraídos (dentes do siso), que seriam descartados após o procedimento cirúrgico, realizado sob-responsabilidade do cirurgião-dentista de sua escolha. A indicação de extração do dente não tem qualquer relação com a pesquisa. Os riscos e possíveis danos da cirurgia serão descritos pelo seu dentista de forma a esclarecer a complexidade do procedimento. Os dentes concedidos serão limpos com instrumental específico, armazenados em solução de Timol 0,5% e submetidos a teste no Laboratório de Pesquisa em Dentística e Materiais Dentários - Faculdade de Ciências da Saúde - Universidade de Brasília (UnB). A concessão se dará no dia escolhido pelo(a) senhor(a) para a realização de sua cirurgia eletiva junto ao profissional responsável, de sua escolha, junto ao local de trabalho do mesmo. A duração do procedimento será avaliada pelo profissional responsável para sua realização e a guarda e utilização do material biológico pode ser retirado a qualquer momento pela pesquisadora responsável.

Quanto à concessão de seu dente ao projeto de pesquisa, se tratando de um dente que seria descartado, não haverá riscos de saúde e/ou de sua imagem, pois todos os dados serão preservados e mantidos de forma confidencial. Além disso, pode retirar seu dente concedido a qualquer momento desistindo de participar da pesquisa. Se o (a) senhor (a) aceitar participar, estará contribuindo para o benefício da atividade clínica odontológica visando o aprimoramento de técnicas que possam melhorar a qualidade e longevidade das restaurações dentárias.

O (a) Senhor (a) pode se recusar a responder (ou participar de qualquer procedimento) qualquer questão que lhe traga constrangimento, podendo desistir de participar da pesquisa em qualquer momento sem nenhum prejuízo para o (a) senhor (a). Sua participação é voluntária, isto é, não há pagamento por sua colaboração e embora esta pesquisa não tem previstos gastos para o (a) senhor (a), tem garantia de ressarcimento de despesas decorrentes da participação na pesquisa.

RUBRICA \_\_\_\_\_

Despesas que o (a) senhor (a) tiver relacionadas diretamente ao procedimento de extração dos terceiros molares (tais como passagem para o local da cirurgia, alimentação no local ou exames) serão de sua responsabilidade, visto que o procedimento clínico cirúrgico será realizado mediante indicação e motivação própria, não sendo o foco da pesquisa atual que busca apenas solicitação de concessão voluntária do dente extraído.

Caso haja algum dano direto ou indireto decorrente de sua participação na pesquisa (após a concessão do dente), o (a) senhor (a) deverá buscar ser indenizado, obedecendo-se as disposições legais vigentes no Brasil.

Os resultados da pesquisa serão divulgados na Universidade de Brasília podendo ser publicados posteriormente. Os dados e materiais serão utilizados somente para esta pesquisa e ficarão sob a guarda do pesquisador por um período de cinco anos, após isso serão destruídos. Se houver a intenção de utilização futura do material biológico, existe a possibilidade de uso e o re consentimento do(a) senhor(a) de pesquisa por meio de um TCLE específico referente ao novo projeto de pesquisa, que deverá ser aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP).

Se o(a) Senhor(a) tiver qualquer dúvida em relação à pesquisa, por favor telefone para: Patrícia Ferronato Araújo, na Universidade de Brasília no telefone (41) 99637-1977, disponível inclusive para ligação a cobrar ou através do e-mail: patriciaferronato@icloud.com

Este projeto foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Ciências da Saúde (CEP/FS) da Universidade de Brasília. O CEP é composto por profissionais de diferentes áreas cuja função é defender os interesses dos participantes da pesquisa em sua integridade e dignidade e contribuir no desenvolvimento da pesquisa dentro de padrões éticos. As dúvidas com relação à assinatura do TCLE ou os direitos do participante da pesquisa podem ser esclarecidos pelo telefone (61) 3107-1947 ou do e-mail cepfs@unb.br ou cepfsunb@gmail.com, horário de atendimento de 10h00minhs às 12h00minhs e de 13:30hs às 15:30hs, de segunda a sexta-feira. O CEP/FS se localiza na Faculdade de Ciências da Saúde, Campus Universitário Darcy Ribeiro, Universidade de Brasília, Asa Norte.

Caso concorde em participar, pedimos que assine este documento que foi elaborado em duas vias, uma ficará com o pesquisador responsável e a outra com o (a) Senhor (a).

---

Nome e assinatura do Participante de Pesquisa

---

Nome e assinatura do Pesquisador Responsável

Brasília, \_\_\_\_ de \_\_\_\_\_ de \_\_\_\_\_.

ANEXO III – Tabela e Figura da análise geral do padrão de fratura de todas as amostras do estudo.

Tabela : Análise geral do padrão de fratura de todas as amostras do estudo

FALHA	OPT - G1	OPT - G2	OPT - G3	OPT - G4	CSE - G1	CSE - G2	CSE - G3	CSE - G4	SBU - G1	SBU - G2	SBU - G3
Adesiva	46 (82%)	44 (80%)	42 (78%)	36 (64%)	41 (72%)	40 (77%)	37 (70%)	45 (82%)	40 (70%)	47 (81%)	42 (72%)
C. Resina	2 (4%)	2 (4%)	1 (2%)	3 (5%)	4 (7%)	3 (6%)	5 (9%)	1 (2%)	3 (5%)	1 (2%)	4 (7%)
C. Dentina	6 (11%)	7 (13%)	6 (11%)	10 (18%)	9 (16%)	4 (8%)	7 (13%)	4 (7%)	10 (18%)	7 (12%)	5 (9%)
Mista	2 (4%)	2 (4%)	5 (9%)	7 (13%)	3 (5%)	5 (10%)	4 (8%)	5 (9%)	4 (7%)	3 (5%)	7 (12%)
PFT	3 (5%)	2 (4%)	3 (5%)	2 (3%)	3 (5%)	8 (13%)	4 (7%)	3 (5%)	2 (3%)	7 (11%)	4 (6%)
<b>TOTAL</b>	<b>59 (100%)</b>	<b>57 (100%)</b>	<b>57 (100%)</b>	<b>58 (100%)</b>	<b>60 (100%)</b>	<b>60 (100%)</b>	<b>57 (100%)</b>	<b>58 (100%)</b>	<b>59 (100%)</b>	<b>65 (100%)</b>	<b>62 (100%)</b>

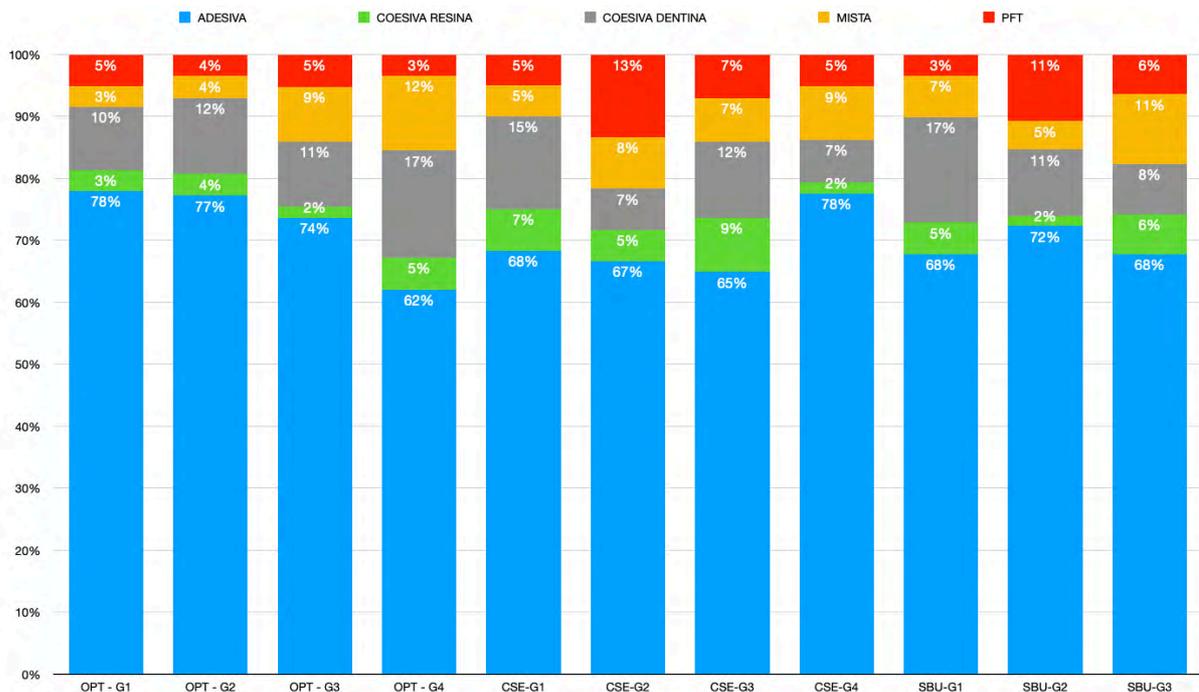


Figura: Porcentagem (%) de padrão de fratura e falhas pré-testes (PFT) de todos os espécimes utilizados no estudo.

