



UNESP - Universidade Estadual Paulista

“Júlio de Mesquita Filho”

Faculdade de Odontologia de Araraquara



Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa

**Influência da incorporação de vidro bioativo em
diferentes propriedades de sistemas adesivos**

Araraquara

2019



UNESP- Universidade Estadual Paulista
“Júlio de Mesquita Filho”
Faculdade de Odontologia de Araraquara



Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa

**Influência da incorporação de vidro bioativo em diferentes
propriedades de sistemas adesivos**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP para obtenção do título de Mestre do Programa de Pós-graduação em Ciências Odontológicas, área de concentração em Dentística Restauradora.

Aluno: Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa

Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Nara de Souza Rastelli

Araraquara

2019

Costa, Joatan Lucas de Sousa Gomes
Influência da incorporação de vidros bioativos em
diferentes propriedades de sistemas adesivos / Joatan Lucas
de Sousa Gomes Costa. -- Araraquara: [s.n.], 2019
78 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado em Ciências Odontológicas) –
Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia
Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Nara de Souza
Rastelli

1. Adesivos dentinários 2. Vidro 3. Propriedades físicas
4. Materiais biocompatíveis I. Título

Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa

**Influência da incorporação de vidro bioativo em diferentes
propriedades de sistemas adesivos**

Dissertação para obtenção do grau de mestre

Comissão julgadora

Dissertação para obtenção do grau de Mestre

Presidente e orientador: Profa. Dra. Alessandra Nara de Souza Rastelli

2º Examinador: Profa. Dra. Ângela Cristina Cilense Zuanon

3º Examinador: Profa. Dra. Patrícia Aleixo dos Santos Domingos

Araraquara, 28 de fevereiro de 2019.

DADOS CURRICULARES

Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa

NASCIMENTO: 29/12/1992 – Maceió – Alagoas

FILIAÇÃO: Joatan Gomes Costa

Tereza Cristina de Sousa Costa

2011-2016: Graduação em Odontologia.

Universidade Federal de Alagoas, UFAL, Brasil.

2014-2014: Aperfeiçoamento 2 em 1- Teoria prática e laboratorial em typodont. DentalPós Cursos Odontológicos, Maceió, AL.

2015-2015: Aperfeiçoamento em Dentística Estética Direta. Associação Brasileira de Odontologia (ABO)- Seção de Alagoas, Maceió, AL.

2017-2017: Aperfeiçoamento em Resinas Compostas: Uma abordagem Bioinspirada baseada em evidências. Oral Studio Instituto, São Carlos, SP.

2017-2019: Mestrado em Ciências Odontológicas, área de Dentística Restauradora. Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” (UNESP), Araraquara, SP.

Dedico

Aos meus pais,

Seja no plano presente ou além da vida, estaremos sempre juntos!

AGRADECIMENTOS

À minha família, por ter me mandado forças de longe e sempre levantando minha cabeça quando pensei em fraquejar.

À Bruna, por durante 6 anos estar diariamente presente nos meus dias, mesmo na distância. Me dando broncas diárias, mas acreditando em mim e sempre me motivando.

Agradeço aos meus amigos de pós-graduação que me aturaram ao longo dessa caminhada e me fizeram perceber que não estava sozinho nela. Entre profissionalismo e ajudas diárias, choros de desabafo e companhia nos momentos de prazer, marcaram minha história e levarei sempre comigo onde estiver.

Agradeço ao corpo docente do programa de Pós-graduação em Ciências Odontológicas, coordenado pela Prof^a. Dr^a. Fernanda Lourenção Briguenti, por todo e qualquer ensinamento. Em especial à minha orientadora Prof^a. Dr^a. Alessandra Nara de Souza Rastelli, por ter me recebido na oportunidade ímpar de poder estudar numa faculdade que é referência em Odontologia no Brasil e toda a paciência que teve comigo ao longo dessa etapa.

Ao Magnífico Reitor Prof. Dr. Sandro Roberto Valentini e Vice-Reitor Prof. Dr. Sérgio Roberto Nobre da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, representados pela Diretora Prof^a. Dr^a. Elaine Maria Sgaviolli Massucato, ao Vice-Diretor Prof. Dr. Edson Alves de Campos.

Agradeço a todo o corpo docente da disciplina de Dentística Restauradora, Prof^a Dr^a Alessandra Nara de Souza Rastelli, Prof^a Dr^a Andréa Abi Rached Dantas, Prof. Dr. Edson Alves de Campos, Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi Andrade, Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior e Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto por todo e qualquer ensinamento ao longo do meu Mestrado.

Agradeço à seção técnica de pós-graduação pela gentileza e recepção de sempre, obrigado Cristiano e Alexandre.

Agradeço à Creusa, nossa mãezona no departamento de Odontologia Restauradora, por toda a convivência, motivações e risadas diárias que tornaram os dias de trabalho mais prazerosos.

Às Prof^{as}. Dr^{as}. Patrícia Petromilli Nordi Sasso Garcia e Ângela Cristina Cilense Zuanon que além de comporem a banca examinadora durante todas as etapas do mestrado,

serviram de inspiração com o profissionalismo e acessibilidade que tiveram comigo e o respeito por meu trabalho.

À Prof^a Dr^a Josimeri Hebling e a Giovana pela disponibilidade de ajudar e ensinar em momentos fundamentais da pesquisa.

Ao Prof. Dr. Miguel Jefelicci Jr do Instituto de Química de Araraquara, pelo auxílio no uso do goniômetro para realização de um dos testes da pesquisa.

Aos técnicos Naira e Alberto do Laboratório Multiusuário de Análises Químicas do Instituto de Química de Araraquara, pelo auxílio durante a utilização do laboratório.

Ao Prof. Dr. Luís Geraldo Vaz e ao técnico Lucas pela disponibilização do Laboratório de Ensaio Mecânicos da Faculdade de Odontologia de Araraquara -UNESP.

Agradeço aos técnicos Diego e Michelle do Laboratório de Caracterização Estrutural da Universidade Federal de São Carlos-UFSCar pelo auxílio na obtenção de imagens de Microscópio Eletrônico de Varredura.

Ao Departamento de Engenharia de Materiais, da Universidade Federal de São Carlos-UFSCar e ao Laboratório de Materiais Vítreos- LAMAV que, em parceria com minha orientadora, forneceram o vidro bioativo utilizado na pesquisa.

Ao professor Romeu Magnani, por toda ajuda e paciência que teve comigo nas explicações de toda a parte estatística do presente trabalho.

O presente trabalho foi realizado com o apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

“A persistência é o menor caminho do êxito”

(Charles Chaplin)¹

Costa JLSG. Influência da incorporação de vidro bioativo em diferentes propriedades de sistemas adesivos [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2019.

RESUMO

O presente estudo teve como objetivo avaliar o efeito da adição de micropartículas (MPs) de vidro bioativo F-18 em diferentes concentrações em três sistemas adesivos sobre o grau de conversão, a umectabilidade e a resistência adesiva dos mesmos, assim como o padrão de falha. Os sistemas adesivos Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose (A), Adper™ Single Bond (3M ESPE) (S), e Clearfil SE Bond (Kuraray) (C) foram modificados com concentrações de 0 (controle), 1, 2 e 5% de vidro bioativo F-18. Adicionalmente, a distribuição e dispersão das partículas do vidro bioativo foram verificadas por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Para o grau de conversão, se obtiveram espectros de absorção dos sistemas adesivos curados e não curados. Para o teste da umectabilidade, os sistemas adesivos modificados ou não foram dispensados sobre as superfícies dentinárias de dentes bovinos, e os ângulos de contato foram mensurados por meio de goniômetro. Para o teste de microcisalhamento, foram confeccionados espécimes em resina composta em substrato bovino, sobre os quais os sistemas adesivos, modificados ou não, foram aplicados, sendo feitas as análises de resistência adesiva após 24 horas. O padrão de falha dos espécimes foi analisado em lupa estereoscópica e por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Os resultados foram obtidos e analisados pelo teste de Análise de Variância ANOVA (2 fatores) com pós teste Tukey. Foi observado que não houve diferenças entre os grupos controle e modificados ($p > 0,05$). O sistema adesivo S apresentou melhores resultados em todos os testes avaliados. O padrão de falha predominante foi adesiva, independente do sistema adesivo e da concentração de vidro bioativo. Pôde-se concluir que a adição de micropartículas de vidro bioativo F-18 não prejudicaram as propriedades avaliadas nos diferentes sistemas adesivos, se tornando uma alternativa interessante à associação dos mesmos.

Palavras-chave: Adesivos dentinários. Vidro. Propriedades físicas. Materiais biocompatíveis.

Costa JLSG. Influence of the incorporation of bioactive glass in different properties of adhesive systems [dissertação de mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2019.

ABSTRACT

This study aimed to evaluate the effect of the incorporation of F-18 bioactive glass microparticles (MPs) in different concentrations in three adhesive systems on the degree of conversion, wettability and adhesive strength, as well as the failure pattern. Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, Adper™ Single Bond (3M ESPE), and Clearfil SE Bond (Kuraray) adhesive systems were modified with concentrations of 0 (control), 1, 2 and 5% F-18 bioactive glass. In addition, the distribution and dispersion of bioactive glass particles were verified by scanning electron microscopy (SEM). For the degree of conversion, absorption spectra of cured and uncured adhesive systems were obtained. For the wettability test, adhesive systems modified or not were dispensed on the dentin surfaces of bovine teeth, and the contact angles were measured by goniometer. For the microshear test, specimens were made in composite resin on bovine substrate, on which adhesive systems, modified or not, were applied, and the adhesive strength tests were done after 24 hours. The failure pattern of the specimens was analyzed in a stereoscopic magnifying glass and by scanning electron microscopy (SEM). The results were obtained and analyzed by ANOVA Variance Analysis (2 factors) with Tukey test. It was observed that there were no differences between the control and modified groups ($p > 0.05$). The predominant failure pattern was adhesive. It was concluded that the addition of F-18 bioactive glass microparticles did not influence on the properties evaluated in the different adhesive systems, becoming an interesting alternative.

Keywords: Dental adhesives. Glass. Physical properties. Biocompatible materials.

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO	13
2 PROPOSIÇÃO	17
2.1 Objetivo Geral	17
2.2 Objetivos Específicos	17
3 REVISÃO DA LITERATURA	18
4 MATERIAL E MÉTODO	39
4.1 Delineamento Experimental	39
4.2 Materiais Utilizados	39
4.3 Confeção de Espécimes	42
4.4 Testes Realizados	45
4.5 Análise Estatística	52
5 RESULTADOS	54
5.1 Análise da Distribuição e Dispersão Micropartículas	53
5.2 Grau de Conversão	57
5.3 Umectabilidade	58
5.4 Microcisalhamento	59
5.5 Padrão de Falha	60
6 DISCUSSÃO	62
7 CONCLUSÃO	69
REFERÊNCIAS	70
ANEXO A	78

1 INTRODUÇÃO

A crescente procura por procedimentos adesivos têm exigido da Odontologia a busca por materiais que melhorem a longevidade clínica das restaurações dentárias, o que seria fundamental para manutenção da saúde bucal do indivíduo. Assim, diversas pesquisas vêm sendo desenvolvidas com o intuito de propiciar a manutenção e longevidade da adesão dos materiais restauradores às estruturas dentárias²⁻⁴.

O principal desafio para os sistemas adesivos dentinários é possibilitar uma ligação efetiva entre a estrutura dental e materiais restauradores. Enquanto a adesão ao esmalte está consagrada como duradoura e bem sucedida, a adesão à dentina a longo prazo permanece um desafio clínico até os dias de hoje^{5,6}.

O aprimoramento de novos sistemas adesivos tem focado em minimizar o número de etapas clínicas no processo de adesão, reduzindo o tempo de tratamento. Atualmente no mercado estão disponíveis os sistemas adesivos do tipo condiciona e lava (convencionais) de três e dois passos e os autocondicionantes de dois passos e de passo único. O primeiro tipo apresenta a etapa de condicionamento ácido separada, enquanto o segundo apresenta na composição monômeros resinosos acídicos capazes de permitir dissolução mineral das camadas mais superficiais do tecido dentário⁶⁻⁸. Além disso, recentemente foram introduzidos no mercado sistemas adesivos universais que possuem na composição um monômero funcional chamado 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP). Esse monômero promove adesão química com a hidroxiapatita do esmalte e da dentina e é considerado promissor na qualidade e na longevidade da adesão. Esse tipo de sistema adesivo tem como característica a possibilidade de ser utilizado nos protocolos convencionais e autocondicionantes, desempenhando papel semelhante aos adesivos formulados para cada procedimento⁹.

Apesar dos visíveis avanços nos conhecimentos acerca da adesão, os sistemas adesivos utilizados até o momento ainda apresentam decomposição da interface com a dentina (camada híbrida) em curto período de tempo (6 meses) devido à estrutura com presença de umidade, ocorrendo hidrólise da interface¹⁰⁻¹³. A rede de colágeno exposta pelo condicionamento ácido e não preenchida pela difusão dos monômeros resinosos também se torna alvo de

degradação por enzimas do tipo metaloproteinases e catepsinas, reduzindo a resistência adesiva ao longo do tempo¹⁰⁻¹³. Breschi et al.¹⁰, em revisão de literatura, mencionaram que essa perda de resistência adesiva ocasiona microinfiltração na interface dente/restauração e conseqüentemente problemas como descoloração e falta de adaptação marginal, sendo suscetível às cáries secundárias, patologias pulpares, além da perda de retenção da restauração. Cáries secundárias têm sido vistas como um dos principais motivos para substituição das restaurações^{13,14}, o que enfatiza a importância da manutenção da camada híbrida com longevidade.

Reis et al.¹¹, em revisão de literatura sobre alternativas para minimizar a degradação da camada híbrida, mencionaram o êxito de utilizar camadas de adesivos hidrofóbicos como um passo isolado, o que não é visto nos adesivos convencionais de dois passos ou nos autocondicionantes de passo único. O uso de monômeros hidrofílicos resulta em camadas híbridas permeáveis não só à água do ambiente bucal, mas também à água proveniente dos túbulos dentinários e pode, dessa maneira, interferir na resistência adesiva ao longo do tempo¹¹. Então, com o intuito de otimizar a vida útil de um procedimento adesivo, diferentes protocolos vêm sendo testados^{10,12,13,15}.

Uma vertente recente tem sido avaliada com a utilização de materiais capazes de induzir a remineralização dos espaços interfibrilares não completamente infiltrados pelo adesivo, criando ambiente de reparação aos tecidos dentários desmineralizados. Bertassoni et al.¹⁶ e Zhong et al.¹⁷ mencionam que a deposição de minerais a partir de materiais com esta característica pode atuar como local de nucleação de íons minerais presentes na cavidade bucal, facilitando a remineralização contínua no decorrer do tempo podendo melhorar efetivamente a durabilidade da adesão. Além disso, enfatizaram a necessidade de estudos com medidas de reincorporação mineral pela dentina como forma de recuperar suas propriedades mecânicas.

A biomineralização do colágeno exposto pelo condicionamento ácido se baseia em mineralização interfibrilar e intrafibrilar¹⁶. Neste processo, materiais bioativos que interagem com os tecidos dentários podem promover esse efeito e como consequência podem aumentar a longevidade da interface dentina-adesivo⁵.

Tendo como base a filosofia citada acima, várias estratégias foram desenvolvidas para promover estabilidade da adesão e evitar falhas na restauração dentária^{11,17,18} e diferentes materiais bioativos têm sido testados em adesivos dentários como: vidro bioativo, cimento Portland, fosfato de cálcio amorfo e partículas de zinco¹⁹⁻²⁴. Segundo Osorio et al.²⁵, a remineralização pode ser facilitada pela restauração da dentina com materiais bioativos.

Devido a sua capacidade de promover ação remineralizadora por meio de fortes ligações químicas com os tecidos dentários e sua alta biocompatibilidade, a utilização de vidros bioativos em Odontologia vem sendo empregada para diferentes finalidades²⁶⁻²⁹.

Em virtude da característica de bioatividade do material, o contato do vidro bioativo com fluidos corporais promove liberação de íons Na^+ e dissoluções correspondentes em íons Ca^{+2} , PO_4^{-3} e Si^{+4} ocorrem na superfície do vidro com subsequente precipitação de fosfato de cálcio não só na interface vidro/tecido como também em tecidos vivos distantes deste local. Em decorrência disso, é possível verificar a posterior formação de hidroxiapatita carbonatada²⁶⁻²⁹, capaz de melhorar o selamento dos túbulos dentinários e reduzir a movimentação do fluido dentinário.

Além de promover remineralização, os vidros bioativos têm potencial antibacteriano devido à elevação do pH durante a liberação de íons Ca^{+2} , PO_4^{-3} , impedindo a proliferação de algumas bactérias^{26,30}.

Outro aspecto interessante a ser mencionado é que a alta bioatividade dos vidros bioativos, rápida capacidade da remineralização da camada híbrida e aumento da alcalinidade local podem limitar a atividade colagenolítica de enzimas como as metaloproteinases³¹⁻³³. Essa capacidade evidencia a relevância que o material pode exercer na proteção do colágeno e consequente redução da degradação da resistência adesiva³⁴.

Devido ao seu mecanismo de ação, vidros bioativos possuem a capacidade de reparar defeitos ósseos^{35,36} e estão presentes em alguns tratamentos contra a hipersensibilidade dentinária, frequentemente presentes em dentifrícios para tal finalidade^{26,37}. Também são usados em procedimentos associados com implantes, estimulando a rápida deposição óssea^{38,39}.

Efflandt et al.⁴⁰ por meio de um estudo experimental em dentes humanos extraídos e armazenados em saliva artificial, avaliaram a interação entre os

vidros bioativos 45S5 e AW e a dentina. Os resultados obtidos comprovaram a aderência química do vidro bioativo na dentina e o aumento da força adesiva com o tempo. Além disso, possuem boa interação com as fibrilas de colágeno, levam à formação de hidroxiapatita na interface dente/restauração e ao aumento do embricamento mecânico nesta área e atuam como importante fonte de íons Ca^{+2} e Si^{+4} (que facilita a precipitação de fosfato de cálcio e auxilia na ligação à rede de colágeno)^{41,42} para o processo de remineralização⁴³.

Tendo em vista as características citadas, o desenvolvimento de produtos com liberação de íons bioativos foi empregado como solução para o aumento da longevidade da adesão. Testes utilizando sistemas adesivos com incorporação de partículas de carga bioativas demonstraram melhora nas suas propriedades mecânicas e promoveram melhor capacidade de selamento marginal na interface adesiva, reduzindo a permeabilidade dentinária^{22,44}.

Levando em consideração o que foi explicitado, é de suma importância a realização de estudos que possibilitem correlacionar a influência do vidro bioativo nas propriedades físicas e mecânicas dos sistemas adesivos, para então avaliar se o material é capaz de promover ou não benefícios à longevidade da interface adesiva.

2 PROPOSIÇÃO

2.1 Objetivo Geral

Avaliar a influência da incorporação do vidro bioativo F-18, em diferentes concentrações, sobre as propriedades físicas e mecânicas de três sistemas adesivos.

2.2 Objetivos Específicos

- Avaliar a distribuição e a dispersão das partículas de vidro bioativo F-18 presentes nos sistemas adesivos.
- Avaliar o grau de conversão dos sistemas adesivos modificados ou não por vidro bioativo F-18.
- Avaliar a umectabilidade de adesivos modificados ou não por vidro bioativo F-18 sobre a superfície de dentina de dente bovino.
- Avaliar a resistência adesiva obtida 24 horas após a confecção dos espécimes, considerando os sistemas adesivos modificados ou não com o vidro bioativo F-18 em sua(s) concentrações.
- Avaliar o padrão de falha na interface sistema adesivo/resina composta/dente bovino.

3 REVISÃO DE LITERATURA

A partir dos primeiros relatos sobre adesão no esmalte feita por Buonocore, em 1955, ocorreram evoluções acerca dos procedimentos adesivos nessa área⁴⁵.

Por meio do trabalho de Nakabayashi et al.⁴⁶ se descobriu a essência para manutenção da adequada longevidade das restaurações. Os autores relataram o poder de penetração que os monômeros resinosos podem ter na dentina pré-tratada com ácido e a presença de uma camada híbrida formada sobre a superfície dentinária após condicionamento ácido.

A classificação mais comumente utilizada acerca dos sistemas adesivos é feita pela forma como interagem com o substrato dental, sendo divididos em sistemas condiciona e lava (convencionais) e autocondicionantes. O número de etapas de aplicação divide os adesivos em duas categorias. Os adesivos convencionais possuem o condicionamento com ácido fosfórico separado e se dividem no protocolo de três e duas etapas, dependendo se o primer e o adesivo estão separados ou em único frasco. Já os autocondicionantes, se dividem em dois passos e passo único^{6,8}. Uma nova categoria de sistemas adesivos são os universais e segundo os fabricantes eles podem ser usados em qualquer protocolo citado acima, executando funções parecidas⁹.

Os vidros bioativos, são materiais biocompatíveis à base de silicato e têm uma característica interessante de se ligar quimicamente aos tecidos, tendo como idealizador o professor e pesquisador Larry Hench que lançou o vidro bioativo 45S5 como o primeiro material artificial capaz de estabelecer uma ligação química com o osso e que sua bioatividade aumenta dependendo do percentual de CaO na composição do material. Possuem a capacidade de formar hidroxiapatita quando em contato com fluidos corporais. Esse tipo de material é utilizado na Odontologia na forma particulada e porosa ou de forma densa em aplicações com o objetivo de remineralizar ou tratar hipersensibilidade, por exemplo. Devido as características interessantes citadas acima, diversos tipos de pesquisa vêm sendo realizadas acerca desse tipo de material^{27,35,39,47,48}.

O mecanismo de formação da hidroxiapatita a partir do vidro bioativo envolve diferentes etapas. Os íons de cálcio e fosfato são liberados a partir do

material em contato com o fluido corporal enquanto uma camada de sílica se forma na superfície do vidro. Após dissolução dos íons mencionados, é possibilitada a deposição fosfato de cálcio que posteriormente com grupos hidroxila e carbonatos são incorporados e se cristaliza a hidroxiapatita com aumento de pH local facilitando a mineralização. O processo de nucleação e crescimento da camada de hidroxiapatita é contínuo com as reações dos íons cálcio, fosfato e hidróxido. Ainda existe a possibilidade de que íons carbonato e/ou fluoreto participem das reações citadas e que com essa deposição mineral seria possível bloquear os túbulos dentinários e diminuir a permeabilidade dentinária. A liberação de íons fornece ao vidro bioativo características antimicrobianas, causando um efeito nocivo para as bactérias orais, assim como o aumento do pH local não sendo bem tolerado pelas mesmas^{27,35,47,48}.

Rosales-Leal⁴⁹ (2001) avaliaram a umectabilidade da dentina e a rugosidade por quatro protocolos de sistemas adesivos e relacionaram estas características com a eficiência adesiva. Foram utilizados os sistemas adesivos Scotch Bond Multipurpose Plus (3M), Syntac Monocomponente (Vivadent), One-Step (Bisco) e Heliobond (Vivadent). O substrato utilizado foi dentina humana superficial e profunda. A rugosidade e o ângulo de contato com a água purificada e filtrada foram medidos antes e após o condicionamento ácido. O molhamento da dentina pelos diferentes sistemas adesivos foi estudado por meio do ângulo de contato em função do tempo para avaliar o tempo de espalhamento. A resistência ao cisalhamento e a microinfiltração foram avaliadas em cavidades de classe V. A umectabilidade e a rugosidade da dentina foi maior na dentina profunda. O molhamento da dentina e a resistência ao cisalhamento dos sistemas adesivos foram semelhantes, exceto para o sistema adesivo Heliobond, que apresentou o menor valor. A microinfiltração foi maior na parede gengival, e menor para o sistema adesivo Scotch Bond Multipurpose Plus e maior para o sistema adesivo Heliobond. O tempo de molhamento excedeu 30s com adesivos à base de água e hidrofóbicos, e foi menor com um adesivo à base de acetona One-step. A profundidade da dentina teve influência na umectabilidade e na resistência adesiva ao cisalhamento. Os ângulos de contato obtidos para os sistemas adesivos SBMP e One-Step foram maiores na dentina superficial e a resistência ao cisalhamento do One-Step foi maior na dentina

superficial. A umectabilidade da dentina pelos sistemas adesivos pode ser correlacionada à resistência adesiva ao cisalhamento e microinfiltração.

Al-Omari et al.⁵⁰ (2001) avaliaram a rugosidade superficial e a molhabilidade do esmalte e da dentina após preparos com diferentes instrumentos rotatórios. As superfícies mesial e distal de 15 dentes pré-molares humanos extraídos foram preparadas com uma fresa de carbeto de tungstênio, uma ponta diamantada e uma fresa de carboneto de tungstênio e finalizadas em esmalte (0,5mm) ou dentina (2mm), respectivamente. As superfícies preparadas foram analisadas com um perfilômetro de superfície e microscopia eletrônica de varredura (MEV). O ângulo de contato da água destilada em cada uma das superfícies preparadas foi usado como medida de umectabilidade. Não foram detectadas diferenças entre esmalte e superfícies de dentina preparadas com o mesmo tipo de instrumento. Não houveram diferenças significativas nas medidas do ângulo de contato para os vários grupos. Concluiu-se que a rugosidade superficial do esmalte e da dentina, preparada por diferentes instrumentos rotatórios, não teve influência significativa sobre a molhabilidade da água destilada nessas superfícies.

Wege et al.⁵¹ (2003) avaliaram as técnicas de polimento, condicionamento ácido e desproteíntização sobre substrato dentinário para se obter informações sobre as propriedades de umectabilidade do substrato. Foram avaliados os ângulos de contato após 20 e 120s do dispensamento das gotas e as taxas de espalhamento foram avaliadas duas vezes nas superfícies dentinárias de 20 terceiros molares humanos após polimento, condicionamento ácido e desproteíntização. Os espécimes foram distribuídos aleatoriamente em vários grupos, sendo: dentina polida, dentina condicionada e dentina desproteíntizada. Para cada grupo, os tratamentos e experimentos foram realizados de uma única vez e de forma que cada espécime recebeu todos os três tratamentos de superfície, e dois ciclos de medição completos foram realizados, considerando os tratamentos de superfície como independentes. Os valores de ângulo de contato na dentina se apresentaram na seguinte ordem: θ (polida) > θ (condicionada) > θ (desproteíntizada). As taxas de espalhamento se correlacionam com os ângulos de contato. Na fase de relaxamento, o ângulo médio e as taxas de dispersão na dentina polida diferem significativamente

daqueles da dentina condicionada e desproteïnizada, mas os últimos não diferem significativamente um do outro.

Yamaguchi et al.⁵² (2006) avaliaram a influência da velocidade do dispositivo na resistência à microtração de dois sistemas adesivos na dentina. Os sistemas adesivos utilizados foram o Clearfil SE Bond (Kuraray) e o Single Bond (3M ESPE) combinados com a resina composta Clearfil AP-X (Kuraray). As superfícies dentinárias dos dentes bovinos foram condicionadas com primer autocondicionante seguido de jato de ar para Clearfil SE Bond, ou condicionadas com ácido fosfórico, seguido de enxágue com água destilada para Single Bond, sendo na sequência o sistema adesivo aplicado. O espécime em resina composta foi então construído em três camadas e fotoativado. Após 24 h de armazenamento em água, os espécimes foram submetidos ao teste de resistência à microtração. Dez espécimes por grupo foram avaliados em velocidades de 0.5, 1.0, 5.0 e 10.0 mm/min. Os valores de resistência de união à tração (em MPa) foram calculados a partir da carga de pico na falha dividida pela área de superfície do espécime. Não houve diferença significativa entre os mesmos sistemas adesivos com as diferentes velocidades testadas.

Arrais et al.⁵³ (2007) avaliaram o efeito do diodo emissor de luz (LED) e da lâmpada de quartzo tungstênio halógena (QTH) sobre o grau de conversão de um sistema adesivo Single Bond (SB) e uma mistura composta da solução do primer e a resina do sistema adesivo autocondicionante Clearfil SE Bond (CB) utilizando-se análise infravermelha por transformada de Fourier (FTIR). Análises por FTIR foram realizadas antes e após fotoativação por 10 s com unidades de LED (Freelance 1 - 400 mW/cm²) ou QTH (XL 3000 - 630 mW/cm²) (n = 8). Espectros adicionais de FTIR foram obtidos de amostras fotoativadas armazenadas em água destilada por 1 semana. A unidade de fotopolimerização LED utilizada para fotoativar os sistemas adesivos promoveu grau de conversão mais baixo do que a QTH imediatamente após a fotoativação e uma semana após o armazenamento em água destilada.

Breschi et al.¹⁰ (2008), em revisão de literatura, tiveram o objetivo de discutir artigos relacionados à formação, longevidade e estabilidade da interface adesiva, bem como sua degradação. Os autores mencionaram que os sistemas adesivos simplificados de um passo demonstraram menos durabilidade, enquanto

os convencionais de 3 passos e os autocondicionantes de 2 passos demonstraram melhores resultados. Em outras palavras, uma simplificação dos procedimentos de aplicação clínica é feita em detrimento da eficácia da adesão.

Tay et al.¹⁹ (2008) tiveram o objetivo de promover a remineralização inter e intrafibrilar de dentina humana condicionada por ácido fosfórico utilizando um composto fluido contendo cimento Portland na presença de ácido poliacrílico e ácido polivinilfosfônico. Foram utilizados 20 discos de dentina condicionadas com o ácido fosfórico para serem remineralizados. Cada disco foi colocado em um frasco contendo 20 ml de solução de fosfato e contendo 500 mg/ml de ácido poliacrílico e 200 mg/mL de ácido polivinilfosfônico. Um grama de cimento Portland foi endurecido e colocado dentro de um microtubo perfurado e inserido no frasco de vidro. A avaliação ultraestrutural foi realizada em 5 discos de dentina após 2, 4, 6 e 8 semanas de remineralização. Dois discos de dentina condicionados foram usados como controle negativo. No final de cada período de remineralização, cada disco de dentina foi enxaguado com água deionizada, utilizado o ultrassom em etanol 50% durante 3 min e processado para MEV e MET. Nanoprecursores de fosfato de cálcio amorfos foram gerados quando o ácido poliacrílico foi incluído no fluido contendo fosfato. Quando ambos os ácidos polivinilfosfônico e poliacrílico foram incluídos, esses nanoprecursores foram atraídos para a matriz de colágeno desmineralizada com ácido e transformados em nanocristais de apatita estabilizados por polieletrólito que se reuniram ao longo das microfibrilas (remineralização intrafibrilar) e superfície das fibrilas de colágeno (remineralização interfibrilar). A remineralização foi obtida por meio da liberação dos íons cálcio do cimento Portland e subsequente interação com o líquido fosfatado. As deposições de apatita na matriz de colágeno da dentina se aproximam daquelas da dentina mineralizada.

Farge et al.⁵⁴ (2010) investigaram as propriedades umectantes de três sistemas adesivos sobre as superfícies de dentina condicionadas submetidas a um procedimento de secagem breve, como em condições clínicas. A influência de dois parâmetros clínicos (temperatura da superfície e higrometria circundante) no molhamento foram avaliadas. Foram utilizados dois sistemas adesivos convencionais (ExciteTM Vivapen e AdperTM Scotchbond 1XT) e um adesivo autocondicionante (GC-G BondTM). Fragmentos superficiais e profundos

de dentina foram obtidas de seis terceiros molares livres de cárie. Previamente à aplicação do sistema adesivo, os espécimes de dentina foram condicionados com ácido fosfórico a 37% por diferentes períodos de tempo. A topografia da superfície foi caracterizada por observações em microscopia de força atômica (AFM) e as propriedades umectantes da dentina foram estudadas por medidas de ângulo de contato. Os ângulos de contato aumentaram com o tempo de exposição ao ácido e, conseqüentemente, com a rugosidade superficial e a proporção orgânico-mineral dos componentes da dentina. As propriedades de umedecimento foram mais sensíveis à umidade relativa do ambiente do que à temperatura.

Hashimoto et al.⁵⁵ (2010) avaliaram a durabilidade da resistência adesiva em dentina em 10 anos. Espécimes de resina foram confeccionados sobre as superfícies dentinárias usando seis sistemas adesivos: Scotchbond Multipurpose, One- Step, Clearfil Liner Bond II, Mac Bond II, Clearfil SE Bond, Unifil Bond. Os espécimes foram armazenados em água destilada durante 24h ou por 10 anos. Após cada período de armazenamento, os espécimes foram submetidos ao teste de microtração. Após o teste, as superfícies fraturadas foram examinadas por MEV. Além disso, foi observada a nanoinfiltração das interfaces. Apenas a resistência adesiva dos sistemas adesivos Clearfil Liner Bond II e Unifil Bond não apresentaram diferença significativa após 10 anos. Nas observações das interfaces, não houve propagação de water trees apenas no sistema adesivo Unifil Bond. A propagação de water trees pode ser um sinal de degradação de camada híbrida.

Van Meerbeek et al.⁵⁶ (2010) relataram, numa revisão de literatura, a respeito de diferentes testes de resistência adesiva dentre os quais citam: macrocisalhamento, macrotração, microtração, microcisalhamento; seus princípios e teorias. Associando em conjunto com uma segunda revisão sobre a eficácia clínica de adesivos em termos de retenção de restaurações classes V e vendo correlação entre dados da resistência adesivas e testes e resultados clínicos. A conclusão do trabalho encoraja associações de resistência adesiva imediata com avaliações tardias para prever eficácia clínica dos sistemas adesivos.

Roeder et al.⁵⁷ (2011) publicaram uma revisão da literatura listando as principais variáveis e suas características relatadas nos estudos de resistência adesiva, tais como: o substrato dentário, material restaurador, preparação dos espécimes e condições pré-testes, tipos de testes e suas configurações, relatórios e análises de dados. O objetivo do trabalho foi fornecer orientação e padronização dos testes, assim como comparações e conclusões mais precisas entre os estudos. A padronização das variáveis relacionadas a materiais e preparação para teste de resistência adesiva, tratamento de substrato fornecerá informações de pesquisa consistentes e deverá ser utilizado em todo o seu potencial por pesquisadores, autores, revisores e editores.

Osorio et al.²⁰ (2012) avaliaram cimentos resinosos experimentais contendo cargas bioativas e se os mesmos podem modular a degradação do colágeno mediada por metaloproteinases da dentina condicionada. Fragmentos de dentina que foram desmineralizados utilizando-se ácido fosfórico a 10% ou EDTA a 0,5 mol/L foram infiltrados com cimentos resinosos sem acréscimo de partículas, cimentos resinosos com partículas de biovidro 45S5 e cimentos resinosos com partículas de cimento de silicato de cálcio modificado com fosfato de tricálcio (HCAT-b). A relação carga/resina foi de 40/60% em peso. Os espécimes foram armazenados em saliva artificial e a determinação do telopeptídeo C-terminal (ICTP) foi realizada por radioimunoensaio após 24 horas, 1 e 4 semanas. A análise por microscopia eletrônica de varredura das superfícies dentinárias após 4 semanas de armazenamento também foi realizada. A degradação do colágeno foi proeminente para a dentina tratada com ácido fosfórico quanto tratada com EDTA. A infiltração de cimentos resinosos reduziu fortemente a atividade da MMP na dentina desmineralizada. As partículas do Bioglass 45S5 exerceram maior proteção e mais estável ao colágeno nos diferentes protocolos de desmineralização da dentina e intervalos de tempo testados. O HCAT-b induziu a proteção do colágeno das MMPs somente em espécimes tratados com EDTA. A remineralização da dentina foi obtida quando a dentina foi infiltrada com os cimentos resinosos contendo cargas bioativas.

Profeta et al.²¹ (2013) avaliaram a resistência adesiva de três sistemas adesivos contendo micropartículas de cimento Portland modificado aplicado na

dentina preparada por ataque ácido e submetida ao armazenamento em solução de fluido corporal simulado. Além disso, também foram realizadas as microscopias confocal a laser e eletrônica de varredura (MEV). Foi utilizado um cimento Portland tipo I adaptado com diferentes tipos de compostos como hidróxido de silicato de sódio-cálcio-alumínio-magnésio (HOPC), hidratos de hidróxido de alumínio-magnésio-carbonato (HCPMM) e óxido de titânio (HPCTO) com o objetivo de criar três micropreenchimentos bioativos. Um sistema adesivo constituído basicamente por Bis-GMA, PMDM e HEMA foi usado como controle e também foi misturado com cada tipo de micropreenchimento para criar três sistemas adesivos experimentais. Após as aplicações dos sistemas adesivos na dentina seguidos das restaurações, eles foram submetidos ao teste de resistência à microtração 24 horas ou 6 meses após o armazenamento em fluido corporal. Após o teste de microtração, a análise em MEV foi realizada. Microscopia confocal a laser foi utilizada para avaliar a ultramorfologia/nanoinfiltração e deposição mineral na interface adesivo-dentina. Inicialmente durante a análise de 24 horas no ensaio de microtração todos os valores se apresentaram semelhantes estatisticamente, já na análise de 6 meses os valores os grupos com hidróxido de silicato de sódio-cálcio-alumínio-magnésio (Res-HOPC) e com hidratos de hidróxido de alumínio-magnésio-carbonato (Res-HCPMM) mantiveram os valores estáveis comparando-se com os valores iniciais. É importante frisar que todos os grupos contendo materiais bioativos mostraram redução na nanoinfiltração e ocorrência de deposição mineral após o armazenamento em fluido corporal. Altos valores de resistência à microtração foram obtidos em todos os grupos após 24 h. Apenas o Res-HOPC e o Res-HCPMM apresentaram estabilidade adesiva após o armazenamento em fluido corporal (6 meses). Todas as interfaces resina-dentina criadas usando os sistemas adesivos contendo os micro-preenchedores bioativos testados neste estudo mostraram evidente redução de nanoinfiltração e promoveram deposição mineral após o armazenamento de 6 meses, o que é interessante para manutenção da camada híbrida.

Peralta et al.⁵⁸ (2013) avaliaram o desempenho de um sistema adesivo experimental contendo óleo vegetal essencial na anti-colonização de bactérias e avaliaram as propriedades de sorção à água, solubilidade, resistência à

microtração em dentina e grau de conversão, além da mensuração do pH dos sistemas adesivos. Foram avaliados seis grupos: um adesivo experimental autocondicionante contendo óleo essencial baseado nas sementes da árvore *Butia capitata*; uma versão do mesmo adesivo experimental sem adição do óleo essencial; um grupo controle sem nenhum tipo de adesivo; além de três grupos com sistemas adesivos comerciais: Clearfil Protect Bond, Clearfil SE Bond e Adper SE Plus. O efeito antibacteriano foi estimado por cultura microbiológica em meios seletivos/não seletivos e os resultados foram obtidos em unidades formadoras de colônias por unidade de peso de biofilme seco. Após 24 h, todos os grupos apresentaram mudanças de pH de forma semelhante. O sistema adesivo contendo óleo essencial mostrou níveis de atividade antimicrobiana semelhantes com o adesivo Clearfil Protect Bond. Ambos foram efetivos contra microrganismos totais, bactérias acidúricas, *Lactobacilli* e *Streptococcus mutans*. O óleo essencial não afetou as propriedades de sorção à água e solubilidade e também não influenciou nos resultados de grau de conversão. Os valores do teste de microtração dos sistemas adesivos experimentais foram semelhantes ou até maiores que os comerciais. Após 6 meses de armazenamento, os valores de microtração do sistema adesivo experimental com óleo essencial diminuiu significativamente e se tornou semelhante aos adesivos comerciais. Já o adesivo experimental sem a presença do óleo essencial não teve a resistência adesiva afetada.

Alves et al.⁵⁹ (2013) avaliaram a adesão de sistemas adesivos simplificados em substratos dentinários sadios e afetados por cárie em dentes decíduos com os testes de microtração e nanoinfiltração. Foram selecionados 36 segundos molares decíduos hígidos e cavidades na superfície oclusal foram preparadas. Metade dos espécimes foi submetida a ciclagem de pH para simular a dentina afetada por cárie. Os dentes foram aleatoriamente restaurados com resina composta utilizando os sistemas adesivos: Adper Single Bond 2 (SB), Adper SE Plus (SE) e Adper Easy One (Easy). Os espécimes ficaram armazenados durante 24 horas e foram seccionados em palitos de 0,8mm² para o teste de microtração. Para cada dente, 1 palito foi imerso em solução de nitrato de prata para análise de nanoinfiltração com microscópio eletrônico de varredura (MEV). O padrão de falha foi avaliado por estereomicroscópio(400X). O sistema

adesivo SB apresentou o maior valor de resistência à microtração para a dentina hígida, enquanto nenhuma diferença foi observada entre os adesivos no substrato com cárie. O padrão de falha adesiva/mista prevaleceu entre os grupos. Na análise da nanoinfiltração, a dentina afetada por cárie mostrou maiores valores, com o sistema adesivo SE mostrando maiores índices tanto em dentina hígida como em afetada por cárie. Logo, a dentina afetada por cárie prejudica a adesão e aumenta a nanoinfiltração dos sistemas adesivos convencionais de 2 passos e no autocondicionante de 1 passo avaliados em dentes decíduos.

Loguercio et al.⁶⁰ (2014) avaliaram, por meio de comparações, várias propriedades adesivas e mecânicas de três sistemas adesivos disponíveis no mercado. Foram avaliadas a resistência adesiva por meio da microtração, nanoinfiltração, grau de conversão, grau de conversão in situ, resistência à tração, sorpção de água e solubilidade em água. Foram selecionados 28 molares para o estudo e sobre suas superfícies dentinárias foram aplicados os sistemas adesivos: All-Bond 3 (ALB3); Fusion Duralink (FSDL); Optibond (OBFL) e Scotchbond Multi Purpose (SBMP). Logo após, foram feitas inserções de resina composta sobre a dentina em 2 incrementos de 2 mm e fotoativados por 40 segundos. Para o grau de conversão in situ sobre a dentina, a camada híbrida foi avaliada por espectroscopia micro-Raman. Já o teste de nanoinfiltração foi avaliado por microscopia eletrônica de varredura. Foram executados os testes de tração e microtração até a falha e com o objetivo de realizar os testes de sorpção à água e solubilidade, os espécimes foram dessecados e armazenados em água destilada por 24 horas. O grau de conversão dos sistemas adesivos foi avaliado por espectroscopia de Fourier no infravermelho. O sistema adesivo OBFL mostrou os maiores valores de resistência à microtração, menor nanoinfiltração, maior grau de conversão in situ e grau de conversão apenas com o adesivo, maior resistência à tração e menores sorpção de água (semelhante ao ALB3 e FSDL) e solubilidade (semelhante ao ALB3 e SBMP). ALB3 mostrou maior nanoinfiltração e o menor valor de grau de conversão. FSDL apresentou a maior nanoinfiltração, solubilidade e o menor grau de percentual de grau de conversão in situ sobre a

dentina. SBMP mostrou o menor valor de sorção à água. Em outras palavras, OBFL apresentou o melhor comportamento para as propriedades avaliadas.

Wang et al.⁶¹ (2014) investigaram propriedades remineralizantes de três sistemas adesivos experimentais contendo micropreenchimentos de poliacarboxilatos. Foi formulada uma mistura de co-monômeros para então serem adicionados os micropreenchimentos: vidro bioativo poliacarboxilato (VBP), silicato de cálcio poliacarboxilato (SCP), bruxita dopada com silicato de cálcio poliacarboxilato (BDSCP). Os três sistemas adesivos experimentais e mais um livre de carga (controle) foram aplicados em dentina previamente tratada com ácido ortofosfórico e fotopolimerizados. Os espécimes foram armazenados em saliva artificial durante 3, 7 e 14 dias. A variação mineral da dentina foi avaliada por reflexão total atenuada no infravermelho com transformada de Fourier (ATR-FTIR) e espectroscopia Raman. Para observar a nanoinfiltração ao longo da interface adesivo-dentina foi utilizada microscopia confocal de varredura a laser. A resistência adesiva foi avaliada por meio da resistência à microtração após 24 horas e 3 meses. Observou-se aumento significativo no índice de fosfato nos espécimes que continham adesivos experimentais após 14 dias. Os grupos VBP e SCP apresentaram maior remineralização do que o grupo BDSCP. Importante frisar que apesar de ter sido observada a remineralização da camada híbrida dos espécimes, não foi possível impedir a queda na resistência adesiva após 3 meses de armazenamento em saliva artificial.

Profeta et al.⁶² (2014) avaliaram a resistência adesiva e a microdureza Knoop da interface adesiva de dois sistemas adesivos à base de metacrilato incorporado com biovidro 45S5 ou MTA. Resinas com solventes (50% de etanol e 50% de monômeros) foram utilizadas como primer enquanto as camadas hidrofóbicas do adesivo tiveram preenchimento com os compostos citados acima. Como grupo controle, foi aplicado o adesivo sem acréscimo de carga. A resistência à microtração, microdureza Knoop e microscopia confocal de varredura foram realizadas após 24 horas e 10 meses de armazenamento em solução tampão de fosfato. A microscopia eletrônica de varredura foi realizada após os testes das falhas adesivas. Nos resultados do trabalho, os três grupos na análise de resistência à microtração de 24h se apresentaram semelhantes, porém apenas os grupos com adição de biovidro ou MTA não apresentaram

redução significativa em 10 meses de armazenamento. Na análise de microdureza, os materiais modificados não restauraram as propriedades ao nível de uma dentina hígida, mas se mantiveram inalterados e sem diminuição estatística após os 10 meses de armazenamento na solução. Os materiais modificados também demonstraram melhores desempenhos do que o grupo controle. Logo, pôde-se concluir que tanto o vidro bioativo 45S5 como o MTA tiveram um efeito protetor nas propriedades micromecânicas nas interfaces de resina-dentina com depleção de minerais.

Sezinando⁶³ (2014) relatou em uma revisão de literatura acerca das classificações, mecanismos de ação, filosofias e princípios gerais dos sistemas adesivos. Além disso, foi mencionado as dificuldades diante de substratos dentários e o que cada composição e estratégias de aplicação dos sistemas adesivos sobre esses substratos poderiam fornecer para uma boa adesão. Esse trabalho concluiu que sistemas adesivos que incluem um revestimento de resina hidrofóbica são capazes de prevenir melhor a degradação pela água em comparação com sistemas adesivos sem o revestimento de resina hidrofóbica, independentemente da estratégia de adesão. Entretanto, desempenho laboratorial e clínico de sistemas adesivos parecem estar dependentes de sua composição química específica.

Vale et al.⁶⁴ (2014) investigaram o grau de conversão, a sorpção à água e solubilidade de sistemas adesivos pré-aquecidos de frasco único. Foram testados cinco sistemas adesivos: Adper Easy One, Adper Single Bond 2, Excite, Tetric N-Bond e XP Bond. A partir dos sistemas adesivos, após 2 horas de armazenamento em 25°C ou 60°C, cinquenta espécimes (n=5 por grupo) foram obtidos e permaneceram armazenados por 24 horas previamente a realização dos testes a 37°C. A espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier utilizando um sensor de reflectância total atenuada foi utilizada para avaliar o grau de conversão, enquanto que a sorpção e a solubilidade à água foram avaliadas por meio da perda de massa e ganho após o armazenamento em água. Após a realização dos testes, os sistemas adesivos pré-aquecidos mostraram grau de conversão estatisticamente maiores do que os mantidos à temperatura de 25°C. Com exceção do XP Bond, os sistemas adesivos apresentaram menor sorpção de água e solubilidade.

Muñoz et al.⁹ (2015) avaliaram a resistência adesiva imediata e após 6 meses de armazenamento e a nanoinfiltração de sistemas adesivos universais que contêm ou não metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato (MDP) e são usados nos protocolos de condiciona e lava e autocondicionantes em terceiros molares hígidos. Para o estudo foram utilizados 40 terceiros molares divididos nos seguintes grupos: Clearfil SE Bond (CSE) e Adper Single Bond 2 (SB) como controle; Peak universal, autocondicionante (PkSe) e condiciona e lava (PKEr); Scotchbond Universal, autocondicionante (ScSe) e condiciona e lava (ScEr); e All Bond Universal, autocondicionante (AlSe) e condiciona e lava (AlEr). O teste de microtração foi executado imediatamente e após 6 meses de armazenamento em água destilada. Realizou-se também análise de nanoinfiltração em cada período citado acima por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV). Nas análises imediatas, os grupos PkEr e PkSe não apresentaram diferenças estatísticas em relação aos grupos controle, no entanto apresentaram maior nanoinfiltração e menores valores de resistência adesiva na análise após 6 meses. Já ScSe e ScEr apresentaram valores intermediários na análise da resistência adesiva imediata, mas apresentaram estabilidade após 6 meses. Enquanto AlEr apresentou maiores valores imediatos com maiores declínios em 6 meses. Em outras palavras, a conclusão desse estudo que os adesivos universais que continham MDP mostraram maiores valores de resistência adesiva e com maior estabilidade com índices de nanoinfiltração reduzidos após 6 meses de armazenamento em água destilada.

Yazdi et al.⁶⁵ (2015) realizaram um estudo para testar resistência adesiva e grau de conversão de sistemas adesivos autocondicionantes experimentais com concentrações variadas do monômero 10-metacriloiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP). Cilindros de resina (Clearfil AP-X) foram aderidos nas superfícies dentinárias de 48 molares humanos utilizando sistemas adesivos experimentais nas seguintes concentrações de monômeros 10-MDP: 0, 5, 10, 15 e 20%. O sistema adesivo Clearfil S3 Bond foi utilizado como controle. Em 24 horas foi avaliada a resistência adesiva ao microcisalhamento. O grau de conversão foi avaliado usando espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier. A interface adesiva foi observada por microscópio eletrônico de varredura (MEV) em todos os grupos. Os grupos experimentais

com 10 e 15% de 10-MDP apresentaram maior resistência adesiva em relação aos demais. Em relação ao grau de conversão, Clearfil S3 Bond e 10% 10-MDP demonstraram valores médios de grau de conversão significativamente maiores do que outros grupos. Em outras palavras, 10% 10-MDP apresentou a melhor combinação de resistência adesiva e grau de conversão.

Firoozmand et al.⁶⁶ (2015) realizaram estudo *in vitro* para avaliar a influência de sistemas adesivos simplificados (condiciona e lava, e autocondicionante) e 1,23% de fluoreto fosfato acidulado na resistência adesiva ao microcisalhamento em dentina de molares e incisivos decíduos. Quarenta molares e quarenta incisivos decíduos foram tratados com o sistema adesivo Clearfil SE Bond ou com adesivo Adper Single Bond 2. Cada grupo foi subdividido com base no tratamento da aplicação ou não de 1,23% de fluoreto fosfato acidulado em solução tópica. Após o procedimento de adesão e fotoativação com resina composta, os espécimes foram submetidos ao microcisalhamento após armazenamento em água destilada por 24 horas à temperatura de 37°C. O padrão de falha predominante foi analisado em estereomicroscópio em 10x de aumento. Enquanto o tipo de adesivo não apresentou influência significativa na resistência adesiva, na análise intergrupos foi encontrada uma redução da adesão nos grupos com o Clearfil SE Bond nos incisivos em que foram aplicados o fluoreto fosfato acidulado. O tipo de falha mais comum foi a adesiva. Em resumo, a resistência adesiva foi afetada pela aplicação prévia de 1,23% de flúor fosfato acidulado e o tipo de elemento dental.

Masarwa et al.⁷ (2016) por meio de uma revisão sistemática com metanálise visaram comparar a longevidade e qualidades de sistemas adesivos autocondicionantes e convencionais na adesão dentária nos intervalos de 24 horas, 3, 6 e 12 meses no armazenamento de água destilada. Além disso, no trabalho pôde-se observar que fatores podem afetar a adesão com a dentina como temperatura, tempo e interações mecânicas. Também foi mencionado que apesar do armazenamento em água destilada seja o método de armazenamento mais comum, o uso de cloramina, timol, pressão de polpa simulada foram mencionados. A meta-análise não encontrou diferença na longevidade dos dois tipos de sistemas adesivos nos tempos de armazenamentos avaliados.

Khvostenko et al.⁶⁷ (2016) aproveitaram a lacuna da literatura para investigar se a adição de 15% de vidro bioativo ao peso de uma resina composta influenciaria sobre a formação de biofilmes bacterianos nas fendas marginais de restaurações simuladas *in vitro*. No trabalho, molares humanos foram seccionados em discos de aproximadamente 3 mm de espessura e restaurados com resina composta numa profundidade de 1.5 a 2 mm. Uma pequena abertura de 15 a 20 micrômetros de largura entre a dentina e resina foi deixada ao longo da margem da restauração, não aplicando o sistema adesivo no local. Foram utilizados dois compósitos com pesos diferentes um com 15% de vidro bioativo e o restante em vidro de estrôncio silanizado e outro com sílica em aerossol e vidro de estrôncio silanizado sem vidro bioativo. Os espécimes de ambos os grupos tiveram biofilmes de *Streptococcus mutans* crescidos na superfície e foram testados dentro de um biorreator durante duas semanas enquanto eram submetidas a períodos cíclicos de cargas mecânicas. Cada espécime foi fixado em glutaraldeído, corados, incluídos em resina e seccionados transversalmente para revelar o perfil do gap. A profundidade de penetração do biofilme entre os grupos foi avaliada e foi comprovado que realmente o vidro bioativo diminuiu a formação de biofilme em comparação com o grupo controle. Sendo assim, a conclusão desse estudo foi que o vidro bioativo incorporado nas resinas compostas pode ser uma opção interessante para diminuir a propagação de cáries secundárias nas margens da restauração.

Bauer et al.⁴⁴ (2016) realizaram um estudo que objetivou avaliar a radiopacidade, grau de conversão, dureza Knoop, resistência à tração e microtração à dentina de um sistema adesivo experimental contendo vidro bioativo com micropreenchimento de nióbiofosfato. O vidro NPG com tamanho médio de 25 nm foi adicionado ao adesivo experimental com peso correspondente a 40% do sistema adesivo, enquanto o sistema adesivo sem o acréscimo mencionando ficou como grupo controle. O grau de conversão foi avaliado por espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier. A avaliação do padrão de falha foi realizada por lupa estereoscópica com aumento de 40x. A presença de partículas de vidro tornou o sistema adesivo radiopaco. A adição de partículas de vidro ao sistema adesivo impediu a diminuição da resistência adesiva pelo teste de microtração, reduziu a resistência à tração e

aumentou o grau de conversão e a dureza Knoop. Todos os grupos apresentaram predominância do modo de falha adesiva. Logo, a adição de 40% de vidro bioativo com nióbiofosfato pode fornecer ao sistema adesivo aumento da resistência mecânica e adesiva na interação com a dentina.

Carneiro et al.³¹ (2016) testaram os sistemas adesivos One Step (Bisco) e Prime & Bond 2.1(Dentsply) com incorporação de vidro bioativo contendo nióbiofosfato numa concentração de 40% em peso com o objetivo de caracterizar e avaliar o impacto da adição das partículas do vidro bioativo, com e sem adição prévia do silano, no grau de conversão e resistência à microtração. Os grupos controles foram representados pelos sistemas adesivos sem adição de vidro bioativo, enquanto os grupos experimentais foram quatro: One Step com adição de biovidro sem silano, One Step com adição de vidro bioativo previamente silanizado, Prime & Bond 2.1 com adição de vidro bioativo e sem silano e Prime & Bond 2.1 com adição de vidro bioativo previamente silanizado. Os autores não observaram diferenças estatisticamente significantes entre os grupos controle e experimentais, além da incorporação do vidro bioativo ser incapaz de prevenir a redução da resistência adesiva após seis meses de armazenamento.

Manfroi et al.⁶⁸ (2016) avaliaram a resistência de união à microtração do adesivo ScotchBond Universal na dentina, utilizando os protocolos de condiciona e lava e autocondicionante após 24 horas e 6 meses de armazenamento. Superfícies dentinárias planas foram obtidas em 24 terceiros molares. Os grupos foram divididos desta forma: G1 - Scotchbond Universal aplicado no modo condiciona e lava; G2 - Scotchbond Universal aplicado no modo autocondicionante; G3 - Scotchbond Multi-Purpose; G4 - Clearfil SE Bond. Sobre a área adesiva delimitada, um bloco de resina composta (Z250, 3M ESPE) foi construído. Após isso, os dentes foram seccionados em 40 palitos (0.8mm²) para cada grupo, sendo 20 avaliados de forma imediata e os outros 20 em 6 meses. Falhas e interfaces adesivas foram analisadas por MEV. Os resultados apontaram que o Scotchbond Universal aplicado na forma autocondicionante e o Clearfil SE Bond apresentaram maior estabilidade da adesão em comparação aos outros. A maioria das falhas verificadas foram do tipo mista.

Besinis et al.⁶⁹ (2016) avaliaram o papel da acetona em aumentar a infiltração na dentina totalmente desmineralizada com nanopartículas de

hidroxiapatita (nano-HA). Os espécimes de dentina foram totalmente desmineralizados e subsequentemente infiltrados com dois tipos de soluções de nano-HA à base de água (uma contendo acetona e outra sem). A caracterização das superfícies dentinárias e das partículas de nano-HA foi observada por meio de microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). A molhabilidade da superfície e a capacidade de infiltração das soluções nano-HA foram quantificadas por meio de medidas de ângulo de contato e espectroscopia de energia dispersiva de raios-X(EDX), respectivamente. Medidas de ângulo de contato foram tomadas no início e repetidas em intervalos regulares para avaliar o efeito da acetona. Os níveis de P e Ca dos espécimes de dentina infiltrada foram avaliados e comparados com a dentina sadia e controles não infiltrados. O uso de acetona facilitou a infiltração da dentina totalmente desmineralizada com NPs de HA. A infiltração da dentina desmineralizada com solução de nano-HA em água destilada e acetona restaurou a concentração mineral em até 50%, enquanto a recuperação mineral não ultrapassou 5% na ausência de acetona.

Begum et al.³⁰ (2017) avaliaram a eficácia antibacteriana do biovidro 45S5 em *Escherichia coli* NCTC 10538 e *Staphylococcus aureus* ATCO 6538 em diversas condições clinicamente relevantes, incluindo variação da concentração de biovidro, contato direto e indireto entre biovidro e microorganismos, estático e sob agitação, ambientes de pH elevados e neutralizados. Os resultados demonstraram que, sob condições de pH elevado, as partículas de biovidro não têm efeito antibacteriano em *S.aureus*, enquanto um efeito antibacteriano dependente de concentração contra *E. coli* foi observado. No entanto, a atividade antibacteriana cessou quando o pH do meio foi neutralizado.

Almeida et al.⁷⁰ (2017) objetivaram avaliar o grau de conversão, sorção à água, solubilidade e estabilidade adesiva entre resina composta (Z250XT, 3M ESPE) e dentina de sistemas adesivos experimentais contendo ZnCl₂. Foram adicionadas diferentes concentrações em peso a um sistema adesivo convencional composto por BISGMA, HEMA, UDMA, GDMA, água e etanol: Zn0 (grupo controle 0%); Zn2 (2%); Zn3,5 (3,5%); e Zn5 (5%). O sistema adesivo utilizado foi o Adper Single Bond 2 como referência comercial (SB) e a fotopolimerização foi realizada por 20s utilizando-se luz halógena (650mW/cm²).

O grau de conversão (n=5) foi analisado usando espectroscopia FT-IR, e a sorção de água e solubilidade (n=5) foram calculados com base na ISO 4049. O teste de microtração e nanoinfiltração foram avaliados após 24 horas e 12 meses de armazenamento em água destilada (n=10). Zn5 apresentou o menor grau de conversão e a maior sorção de água e solubilidade. Todos os sistemas adesivos contendo ZnCl₂ mantiveram estabilidade adesiva após 12 meses, no entanto Zn2 e Zn 3.5 não sofreram aumento na nanoinfiltração. SB mostrou o maior valor de resistência adesiva imediato, mas também apresentou a maior redução neste quesito após 12 meses. Como conclusão foi observado que a adição de 2% em peso de ZnCl₂ em formulações adesivas parece ser alternativa interessante para melhorar a estabilidade da união resina-dentina, enquanto concentrações mais altas que 2% em peso podem prejudicar algumas propriedades físico-químicas.

Freitas et al.⁷¹ (2017) realizaram uma pesquisa cujo os objetivos foram avaliar a nanodureza e o módulo de Young da interface adesivo-dentina e correlacioná-los com a resistência adesiva à microtração (μ TBS) após armazenamento em água por 24 horas e 6 meses. Oitenta dentes terceiros molares foram restaurados com resina composta (Z350 3M ESPE) em associação com os sistemas adesivos Adper Scotchbond Multipurpose (SBMP), Adper Single Bond 2 (SB2), Clearfil SE Bond (CSE) ou Clearfil S3 (CS3) Bond e armazenados em água deionizada para avaliações em 24 horas e 6 meses. Três dentes de cada grupo foram selecionados para a metodologia da nanoindentação para obtenção dos valores de nanodureza e do módulo de Young (n=3), enquanto sete dentes foram utilizados para os ensaios de microtração (n=7). Os resultados não mostraram diferenças nos valores de nanodureza e módulo de Young independente do sistema adesivo ou dos diferentes períodos de tempo de armazenamento em água. Os valores de nanodureza e do módulo de Young foram significativamente maiores para SB2 em relação aos demais em ambos os períodos de armazenamento. No teste de microtração, os valores dos sistemas adesivos SBMP e CSE foram significativamente maiores do que para SB2 e CS3 em ambos os períodos de armazenamento. Pôde-se observar uma relação de inversão dos valores de nanodureza e módulo de Young com o de resistência adesiva, o que sugere boa

resistência à deformação elástica e é considerado importante para a longevidade da restauração.

Armstrong et al.⁷² (2017) realizaram uma revisão de literatura com o objetivo de identificar um método de avaliação de resistência adesiva que fosse fácil de executar e útil para a previsão de resultados clínicos, visto que melhorias da adesão à estrutura dentária exigem estudos in vitro prévios. De acordo com o trabalho, o teste de resistência à microtração, principalmente após submeter os espécimes a desafio de durabilidade, surge atualmente como a melhor medida avaliativa sob condições in vitro da retenção das restaurações nos elementos dentais.

He et al.⁷³ (2017) avaliaram sistemas adesivos autocondicionantes aplicados na dentina após irradiação com laser Er:YAG e avaliação ao longo de 1 ano. Fragmentos de dentina foram obtidos de terceiros molares humanos extraídos. Dois sistemas adesivos autocondicionantes foram avaliados: Clearfil SE Bond e Clearfil Tri-S Bond. Os espécimes foram testados quanto à resistência ao microcisalhamento com um dos seguintes tratamentos: irradiação com laser de Er: YAG e polimento com lixa de silício com granulometria de 600 em 24 h, 7 dias, 6 meses e 1 ano. A resistência adesiva após 6 meses e 1 ano diminuiu significativamente e a irradiação com laser promoveu alterações que afetaram negativamente a adesão na dentina.

Souza et al.⁷⁴ (2017) avaliaram sistematicamente a atividade antibacteriana do vidro bioativo F18 em pó e fibras, de acordo com o padrão JIS Z 2801: 2010. Também foi avaliado se a incorporação de prata em vidro F18 poderia impactar sua atividade antimicrobiana. Quatro cepas bacterianas patogênicas Gram-positivas e Gram-negativas clinicamente relevantes (*Staphylococcus aureus*, *Staphylococcus epidermidis*, *Escherichia coli* e *Pseudomonas aeruginosa*) foram utilizadas neste estudo. Tanto nas formas em pó quanto nas fibras, o F18 apresentou atividade bactericida extremamente eficiente contra todas as cepas testadas, eliminando praticamente 100% das células bacterianas após 24 h. Testes mostraram que a incorporação com prata aumentou ainda mais a atividade bactericida, levando à erradicação do *S. aureus* em apenas 30 minutos após a incubação. Ambos os vidros dopados e não dopados demonstraram atividade bactericida muito alta.

Carneiro et al.⁷⁵ (2018) estudaram a incorporação de partículas de biovidro nióbiofosfato em sistemas adesivos comerciais. Os grupos experimentais tiveram o vidro bioativo silanizado e não silanizado adicionado ao sistema adesivo One step na concentração de 30% do peso, enquanto o adesivo puro foi utilizado como controle. A bioatividade dos sistemas adesivos foi analisada por microscópio eletrônico de varredura (MEV) e FTIR/ATR após 28 dias em solução tampão de PBS. Os sistemas adesivos foram avaliados quanto à resistência adesiva à microtração de forma imediata e após 6 meses (n=6); a análise de grau de conversão (n=3) foi executada por espectroscopia de Fourier, microdureza Vickers (n=5) com três pontos de mensurações em cada espécime e radiopacidade (n=3) medida pela contagem dos pixels brancos em três pontos do espécime usando o software UTHSCSA ImageTool 3.0 . A análise de FTIR/ATR mostrou precipitados de fosfato e carbonato na superfície dos espécimes do sistema adesivo. Nos testes de microtração e grau de conversão não foram detectadas diferenças significativas entre os grupos testes e o controle. Entretanto, no teste de microdureza os grupos experimentais apresentaram valores maiores que o grupo controle, e o mesmo aconteceu no teste de radiopacidade.

Morais et al.⁷⁶ (2018) realizaram um estudo que avaliou o efeito do Biosilicato em associação com adesivo dentinário, o teste realizado foi o de microtração em dentina sadia e dentina desmineralizada. No estudo foram utilizados com 80 molares hígidos que tiveram o terço oclusal removido. Na metade (n=40) dos dentes foi executada desmineralização artificial da dentina (ciclagem de pH). Os dentes desmineralizados ou não foram separados em 4 grupos (n=10): Grupo 1- adesivo de condicionamento total Adper™ Single Bond 2 (ASB) + Biosilicato, Grupo 2- ASB (sem Biosilicato), Grupo 3- o adesivo autocondicionante AdheSE (AdSE) + Biosilicato e o Grupo 4- AdSE (sem Biosilicato). Cada dente foi restaurado com composto híbrido (Opallis, FGM) e armazenado em água destilada a 37°C por 6 meses. Após isso, os dentes foram seccionados em palitos e todas as amostras foram submetidas ao teste de microtração. Os modos de fratura foram analisados no estereoscópio com aumento de 50x. Tiveram amostras representativas que foram analisadas por microscópio eletrônico de varredura (MEV). Amostras representativas de cada

grupo também foram analisadas em espectrometria de raios x por dispersão em energia (EDX). O estudo comprovou que o Biosilicato reforçou a resistência adesiva dos adesivos testados tanto em dentina sadia como em desmineralizada.

Wang et al.⁷⁷ (2018) realizaram estudo que objetivou o efeito do tratamento de superfície hidrofóbica com cargas de sílica na performance de adesão de um sistema adesivo condiciona e lava de um frasco único. No estudo, foram adicionados 0.5-5% do peso do sistema adesivo (à base de BisGMA/HEMA) com dois tipos de carga, uma sem nenhum tipo de tratamento e a outra foi tratada com dimetilsilicone, deixando a sílica bastante hidrofóbica. Os sistemas adesivos preparados foram avaliados por meio da viscosidade, grau de conversão e ângulo de contato com água. Características da interface de união foram observadas por meio de microscópio eletrônico de varredura (MEV). Resistência adesiva por meio da microtração foi realizada. Observou-se que as cargas de sílica hidrofóbica promoveram melhora na resistência à microtração. A penetração efetiva das composições pode ser avaliada como um motivo para aumento da resistência de adesão.

Nekoofar et al.⁷⁸ (2018) verificaram a resistência adesiva ao microcissalhamento de uma resina composta utilizada associada com vários sistemas adesivos e um cimento de ionômero de vidro modificado por resina em espécimes confeccionados de Biodentine com diferentes períodos de avaliação. Foram selecionados 15 blocos de Biodentine e separados em três períodos de envelhecimento, 12 minutos, uma semana e um mês. Após isso, foram subdivididos em 5 grupos para o teste de microcissalhamento: A) sem adesivo; B) condiciona e lava; C) autocondicionante de 2 passos; D) adesivo universal no protocolo autocondicionante; E) ionômero de vidro modificado por resina aplicado diretamente na superfície do Biodentine. O grupo do adesivo universal apresentou melhores resultados imediatos, mas decresceu nas análises posteriores. Os demais grupos apresentaram melhor estabilidade, com destaque para o grupo com ionômero de vidro modificado por resina que apresentou aumento significativo da resistência adesiva nas análises posteriores.

4 MATERIAL E MÉTODO

4.1 Delineamento Experimental

Foram utilizados no presente estudo 156 incisivos bovinos hígidos aprovados para uso pela Comissão de Ética no Uso de Animais (CEUA), da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista – FOAr/UNESP, número de protocolo 30/2017 (ANEXO A).

Trata-se de um estudo experimental laboratorial *in vitro*, tendo como variáveis dependentes o grau de conversão, umectabilidade e resistência ao microcisalhamento após 24 horas e como variáveis independentes o vidro bioativo F-18 em diferentes concentrações (0, 1, 2 e 5%), e os diferentes sistemas adesivos testados (3 sistemas adesivos).

Para a realização do estudo piloto foram confeccionados espécimes segundo os critérios expostos na metodologia, que foram distribuídos nos diferentes grupos de estudo.

A hipótese nula testada foi que não haveria alteração nas diferentes propriedades com a incorporação do vidro bioativo F-18 nas diferentes concentrações aos sistemas adesivos.

4.2 Materiais Utilizados

A. Sistemas Adesivos

Para esse estudo foram utilizados os sistemas adesivos Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose (3M ESPE, Sumaré, São Paulo, Brasil) (convencional de 3 passos), Adper™ Single Bond (3M ESPE,) (convencional de 2 passos), e Clearfil SE Bond (Kuraray, Tóquio, Japão) (autocondicionante de 2 passos) (Quadro 1), que foram modificados com concentrações de 0 (controle), 1, 2 e 5% de micropartículas de vidro bioativo F-18.

Quadro 1- Composição dos sistemas adesivos utilizados (continua).

Sistema adesivo	Componentes	% por peso
Adper™ Scotch™ Bond Multipurpose Lote: 1628000346	Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA)	50 – 70 *
	Água	40 – 50 *
	2-hidroxietyl metacrilato (HEMA)	35 – 45 *
Adper™ Single Bond Lote:1629300693	Água	40 – 50 *
	2-hidroxietyl metacrilato (HEMA)	35 – 45 *
	Sílica tratada	10 – 20
	2-hidroxietyl metacrilato (HEMA)	5 – 15
	Glicerol 1,3-dimetacrilato	5 – 10
	Copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico	5 – 10
	Água	< 5
	Diuretano dimetacrilato (UDMA)	1 – 5
	Difeniliodônio hexafluorofosfato	< 1
	Etil 4-dimetil aminobenzoato (EDMAB)	< 1
Clearfil SE Bond (Bond) Lote: 000016	Copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico	10 – 20 *
	Bisfenol A diglicidil dimetacrilato	25 – 50
	2-hidroxietyl metacrilato (HEMA)	25 – 50
	10-metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato	Não informado
	Metacrilato alifático hidrofóbico	Não informado
	Sílica coloidal	Não informado

Quadro 1- Composição dos sistemas adesivos utilizados (conclusão).

	Canforoquinona	Não informado
	Iniciadores	Não informado
Clearfil SE Bond (Primer)	Aceleradores	Não informado
	2-hidroxietil metacrilato (HEMA)	10 – 25
	10-metacriloxidecil di-hidrogênio fosfato	Não informado
	Dimetacrilato alifático hidrofílico	Não informado
	Sílica coloidal	Não informado
	Canforoquinona	Não informado
	Água	Não informado
	Aceleradores	Não informado
	Corantes	Não informado

* Porcentagem exata mantida em sigilo pelo fabricante

Fonte: Elaboração própria.

B. Vidro bioativo microparticulado F-18

O VB utilizado neste estudo foi o F-18 e pertence ao sistema $\text{SiO}_2\text{-Na}_2\text{O-K}_2\text{O MgO-CaO-P}_2\text{O}_5$. Esse material foi desenvolvido pelo Laboratório de Materiais Vítreos do Departamento de Engenharia de Materiais da Universidade Federal de São Carlos (LaMaV – DEMa/UFSCar) e é coberto pela patente BR10 INPI 20130209619. O VB foi obtido por fusão e os blocos formados por esse processo foram moídos em almofariz de ágata exclusivo para moagem desse material. O pó resultante foi peneirado a seco com o auxílio de pincel macio tipo “pelo de marta”. A granulometria desejada (diâmetro médio de partículas igual a 49 μm) foi obtida se utilizando peneiras de nylon com aberturas na faixa de tamanho desejada.

C. Resina composta

Foi utilizada a resina composta Filtek™ Z250XT (A₂) (3M ESPE, Sumaré, São Paulo, Brasil), número de lote:1621600216 (Quadro 2), para a confecção dos espécimes.

Quadro 2 - Composição da resina composta a ser utilizada.

Componentes	% por peso
Cerâmica Silanizada Tratada	65 – 90*
Bisfenol A polietileno glicol diéter dimetacrilato	1 – 10
Diuretano dimetacrilato (UDMA)	1 – 10*
Sílica tratada de silano	1 – 10*
Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA)	1 - 10*

*A identificação específica dos elementos químicos e as porcentagens exatas na composição são mantidas em sigilo pelo fabricante

Fonte: 3M ESPE.

D. Aparelho fotoativador

Foi utilizado LED Radian Plus (SDI, Austrália) com densidade de potência de 1500 mW/cm² (Fieldsmaster, Coherent Commercial Products Division, model number FM, set nº WX65, part number 33-0506 made in USA).

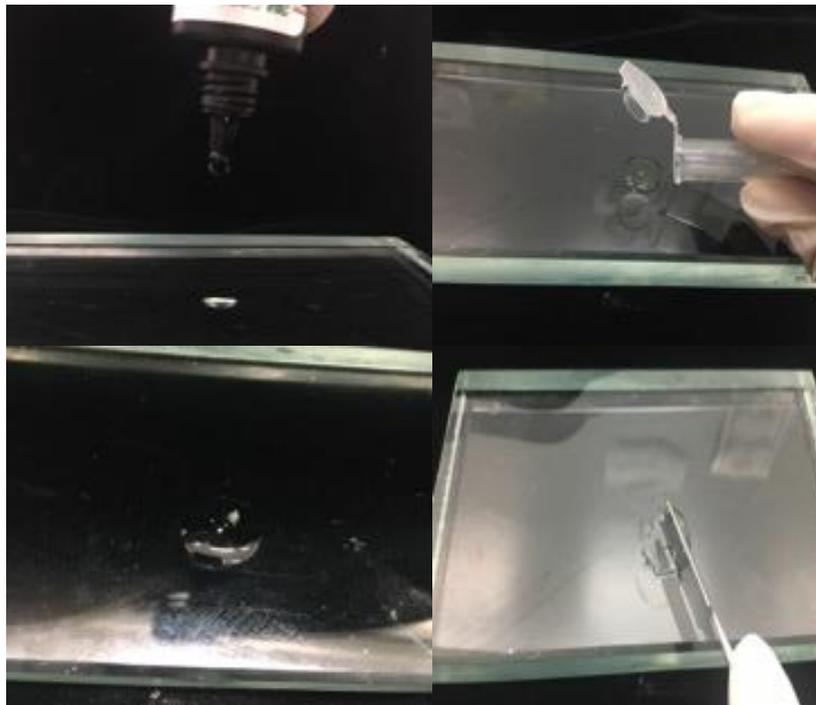
4.3 Confecção de Espécimes

A. Incorporação de vidro bioativo nos sistemas adesivos

Para análises de dispersão e distribuição de MPs, grau de conversão e microcissalhamento o vidro bioativo F-18 foi incorporado aos sistemas adesivos com peso equivalente aos percentuais determinados previamente em relação as gotas dos sistemas adesivos utilizadas para confecção de cada espécime (Figura 1). Após a incorporação do VB, os espécimes que foram utilizados para análise de dispersão e distribuição e para o teste de grau de conversão que foram fotoativados de acordo com as instruções dos fabricantes (Figura 2). Para a confecção dos espécimes, uma matriz de alumínio (diâmetro interno de 12 mm, o diâmetro externo 18 mm e a altura 0,1 mm) foi colocada sobre uma lâmina de vidro para limitar a propagação do líquido e após serem dispensados os sistemas

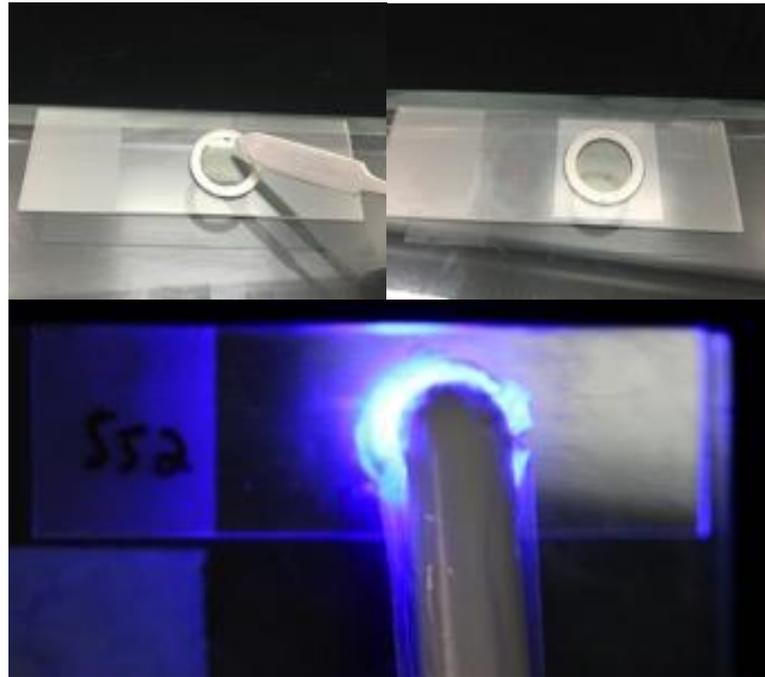
adesivos modificados ou não, foi posicionada uma lamínula de vidro para regularizar as superfícies que foram fotoativadas (Figura 2).

Figura 1 - Incorporação do vidro bioativo para análise de dispersão e distribuição de MPs, teste de grau de conversão e microcislamento.



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 2 - Inserção do sistema adesivo na matriz seguida de fotoativação.



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

B. Padronização e inclusão de dentes bovinos.

Para as análises de umectabilidade e microcisalhamento, fragmentos da face vestibular de dentes bovinos das coroas (13mm comprimento x 7mm largura x 2mm espessura) foram obtidos com o auxílio de uma cortadeira de precisão (IsoMet 1000, Buehler – ITW Company). Após, o esmalte vestibular foi desgastado com auxílio de uma lixadeira politriz (DP-10 Panambra, Struers, Ballerup, Dinamarca) com lixas de carbeto de silício de granulação 80 com o intuito de expor e planificar a dentina remanescente. Para padronização de *smear layer* foi utilizada lixa de carbeto de silício de granulação 600 por 30 segundos, seguido de lavagem em água corrente e armazenamento dos espécimes em água destilada a 2°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) até serem inseridos em tubo de PVC contendo resina acrílica autopolimerizável (1.5 cm altura x 2 cm diâmetro). Após a inclusão nos tubos de PVC, os mesmos permaneceram armazenados em água destilada.

4.4 Testes Realizados

A. Análise de dispersão e distribuição do vidro bioativo F-18 sobre os sistemas adesivos.

O vidro bioativo foi manipulado junto com os sistemas adesivos e fotoativados para a análise de microscopia (Figura 2). O microscópio utilizado foi o modelo INSPECT S50 (FEI, Hillsboro, Oregon, USA), utilizando 25 kV e aumento de 200x.

B. Análise do grau de conversão (%GC)

Foram confeccionados cinco espécimes por grupo (n=120) para os sistemas adesivos curados e não curados. A partir dos espécimes foram obtidos espectros de absorção utilizando dispositivo auxiliar de reflexão total atenuada (ATR) na região do infravermelho empregando um espectrofotômetro Vertex 70 (Bruker) (Figura 3). Foi determinado o percentual de duplas ligações carbônicas não convertidas (%C=C) pela análise de intensidade dos picos de absorbância entre ligações C=C em 1.637cm^{-1} e ligações C-C em 1.610cm^{-1} , dos espécimes fotoativados e não fotoativados. O grau de conversão (GC) correspondente foi calculado de acordo com a fórmula:

$$\text{GC (\%)} = 1 - \frac{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}} \right)_{\text{curada}}}{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}} \right)_{\text{não-curada}}}$$

Figura 3 - Espectrofotômetro Vertex 70 (Bruker).

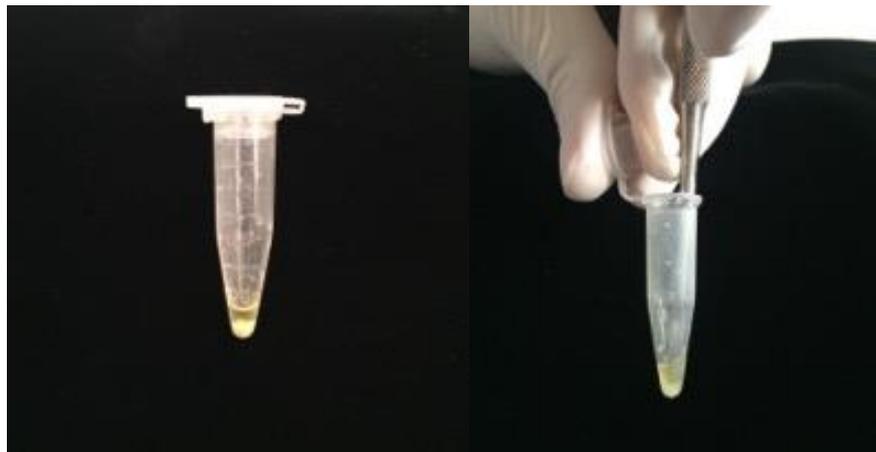


Fonte: Arquivo pessoal do autor.

C. Teste de umectabilidade

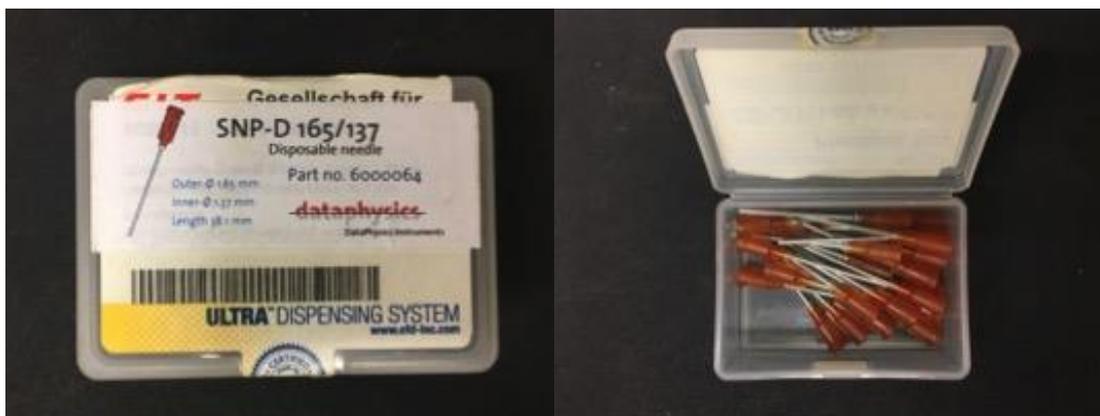
O ângulo de contato é definido como o ângulo formado entre um plano tangente à gota e a superfície onde o líquido é depositado. Cinco espécimes para cada grupo (n=60) foram confeccionados a partir de fragmentos de dentina de dentes bovinos de acordo com a metodologia no item 4.3B. Os sistemas adesivos dos grupos experimentais foram manipulados durante 30 segundos com espátula número 7 num eppendorf com a adição do vidro bioativo previamente pesado (Figura 4). As superfícies dentinárias foram condicionadas previamente de acordo com as instruções do fabricante. Os ângulos de contato foram obtidos usando o Goniometro Optical Contact Angle Measurements OCA20 (DataPhysics Instruments GmbH, Filderstadt, Baden-Wurttemberg, Alemanha, número de série O0BB0804F916) (Figura 5 e 6). Uma gota de cada adesivo (incorporado com as diferentes concentrações de vidro bioativo ou não) foi dispersada na superfície dentinária, a captura de imagem (Figura 7) seguida da mensuração do ângulo de contato foram feitas 60 segundos após a aplicação da gota de adesivo.

Figura 4 - Incorporação do vidro bioativo F-18 ao sistema adesivo.



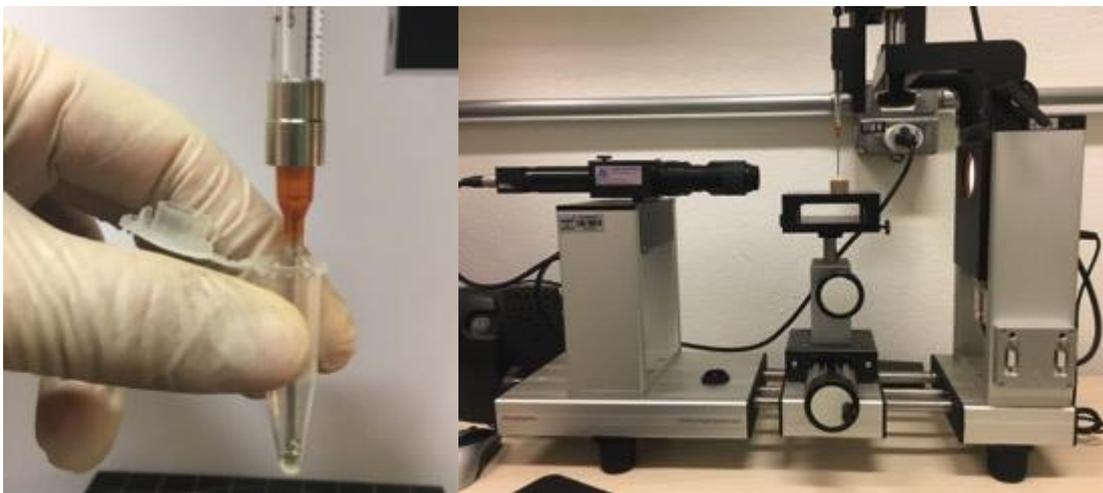
Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 5 - Agulhas utilizadas dispensar o adesivo sobre a estrutura dentária



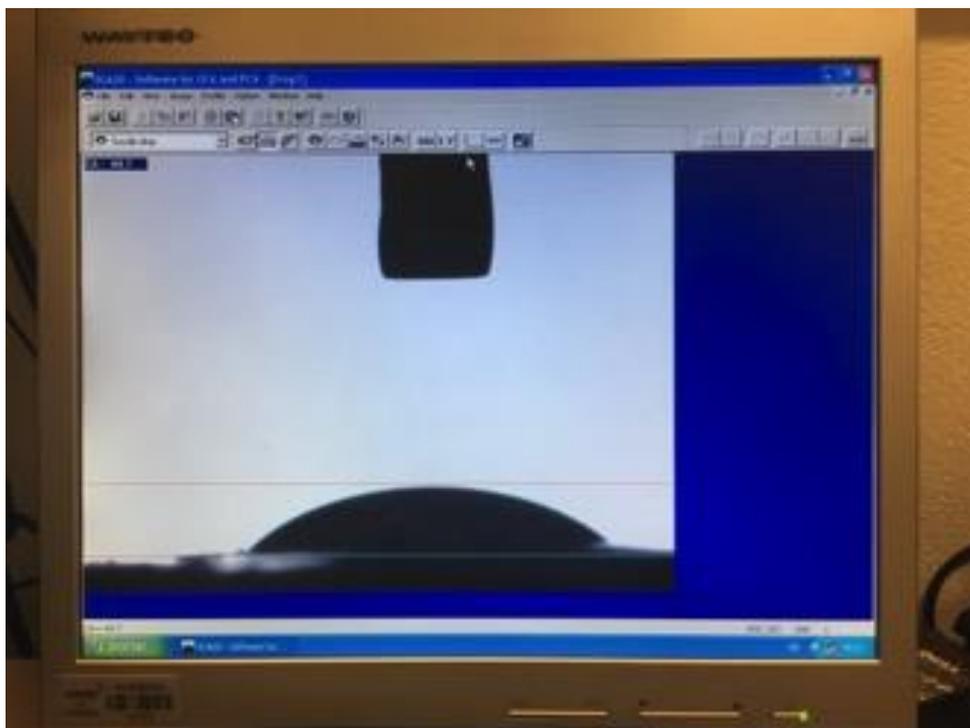
Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 6 - Goniometro Optical Contact Angle Measurements OCA20
(DataPhysics Instruments GmbH, Filderstadt, Baden-Wurtemberg, Alemanha).



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 7 - Software mensurando o ângulo de contato do adesivo com a superfície dentinária.



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

D. Análise de resistência adesiva por teste de microcisalhamento.

A incorporação de vidro bioativo aos adesivos foi feita de forma semelhante com a de grau de conversão (Figura 1). No entanto, foram dispensadas apenas duas gotas de cada adesivo para serem manipuladas com o pó do vidro bioativo previamente pesado, já que a quantidade referida era suficiente para a realização do teste.

Após preparo e inclusão dos dentes bovinos, a área adesiva foi delimitada pela dentina exposta e os sistemas adesivos, modificados ou não, foram aplicados em toda a extensão da mesma e logo em seguida os cilindros com a resina composta Filtek™ Z250 XT (3M ESPE), utilizando-se matrizes de Tygon (Tygon tubing, TYG-030, Saint-Gobain Performance Plastic, Maime Lakes, FL, USA) foram confeccionados, sendo ambos fotoativados (LED Radii Plus, SDI, Australia, número de série 52270), de acordo com as recomendações dos fabricantes (Figura 11). Os espécimes para o teste de resistência adesiva em 24 horas foram armazenados em água destilada a 37°C ($\pm 1^\circ\text{C}$).

O estudo da resistência adesiva empregou a metodologia de ensaio de microcisalhamento descrito por Shimada et al.⁷⁹ (2002). Após a remoção da matriz de Tygon, cada cilindro de resina composta foi envolvido por um fio de aço (0.2mm de diâmetro) acoplado à máquina de ensaio (EMIC DL2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil), e alinhada cuidadosamente para permitir que a aplicação da carga fosse o mais próximo possível da interface de união. A carga foi aplicada com velocidade de 0,5mm/min até a ruptura dos espécimes. O resultado foi dado pela força máxima (N) dividida pela área de união (mm²) e expresso em Mpa, calculado pelo próprio software da máquina.

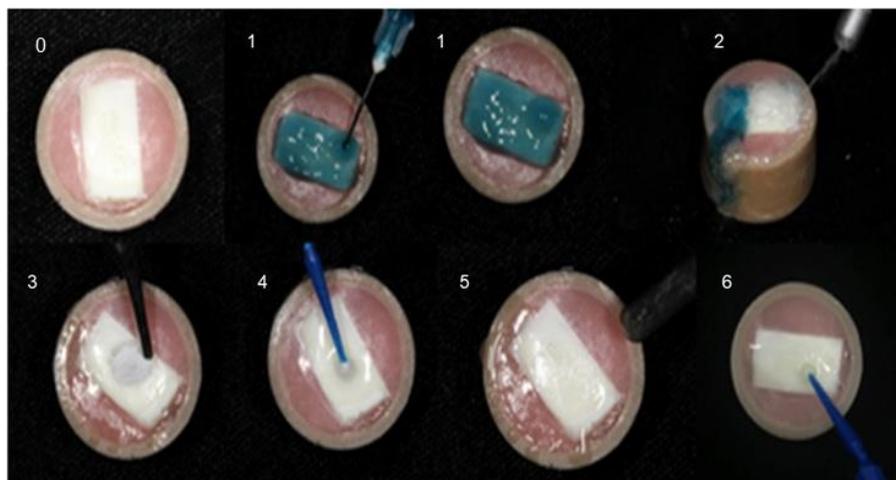
Protocolos adesivos sobre a superfície dentinária:

Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose (3M ESPE) (convencional de 3 passos) (Figura 8):

1. Condicionamento ácido sobre a dentina por 15 segundos;
2. Enxágue com seringa tríplice de ar/água da superfície por 15 segundos;
3. Secagem da superfície com papel absorvente;
4. Aplicação do primer na dentina condicionada;

5. Secagem da superfície por 5 segundos para evaporação do solvente;
6. Aplicação do sistema adesivo sobre a superfície;
7. Fotoativação por 10 segundos.

Figura 8 - Protocolo adesivo do Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose (3M ESPE).

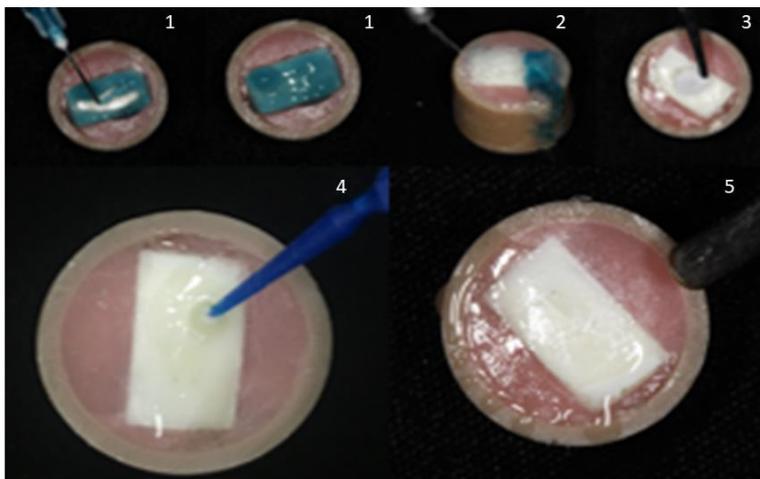


Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Adper™ Single Bond (3M ESPE) (convencional de 2 passos) (Figura 9):

0. Espécime de dentina bovina incluído no tubo de PVC;
1. Condicionamento ácido sobre a dentina por 15 segundos;
2. Enxágue com seringa tríplice de ar/água da superfície por 15 segundos;
3. Secagem da superfície com papel absorvente;
4. Aplicação de duas camadas consecutivas do adesivo na dentina condicionada sobre agitação do microbrush por 15 segundos;
5. Secagem da superfície por 5 segundos para evaporação do solvente;
6. Fotoativação por 10 segundos.

Figura 9 - Protocolo adesivo do Adper™ Single Bond (3M ESPE).



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Clearfil SE Bond (Kuraray) (autocondicionante de 2 passos) (Figura 10):

1. Aplicação do primer sobre a superfície dentinária durante 20 segundos;
2. Secagem da superfície por 5 segundos para evaporação do solvente;
3. Aplicação do adesivo sobre a superfície;
4. Fotoativação por 10 segundos.

Figura 10- Protocolo adesivo do Clearfil SE Bond (Kuraray).



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

Figura 11 - Confeção dos espécimes para o teste de microcisalhamento.



Fonte: Arquivo pessoal do autor.

E. Análise de falha adesiva por lupa estereoscópica e microscópio eletrônico de varredura (MEV)

Após o teste de microcisalhamento, a interface resina/adesiva/dente dos espécimes foram analisadas por meio de lupa estereoscópica (Modelo SZX7, Olympus, São Paulo, Brasil) num aumento de 40x com o objetivo de determinar o modo de falha e classificá-lo dentre as seguintes formas: 1) adesiva, ao nível da interface de união. 2) coesiva em dentina, ruptura deste substrato. 3) coesiva no compósito, ruptura da resina composta. 4) mista, associação de falha adesiva e coesiva na dentina e ou na resina composta.

Posteriormente, 3 espécimes de cada grupo foram aleatoriamente selecionados e avaliados por microscópio eletrônico de varredura de modelo INSPECT S50 (FEI, Hillsboro, Oregon, USA), utilizando 30kV e aumentos de 45x e 100x. Os espécimes foram desidratados em soluções de etanol em concentrações ascendentes e permaneceram por vinte minutos em cada solução nas seguintes concentrações: 50, 60, 70, 80 e etanol a 90%. Posteriormente, permaneceram por sessenta minutos em etanol a 100%. Os espécimes foram secos à temperatura ambiente durante 12 horas e na sequência fixados em “stubs” de alumínio e revestidos por liga de ouro-paládio (Desk II, Denton Vacuum, Moorestown, NJ, USA) para então serem avaliados.

4.5 Análise Estatística

Em todos os testes avaliados os resultados apresentaram condições de normalidade e homocedasticidade. Logo, foram submetidos à Análise de

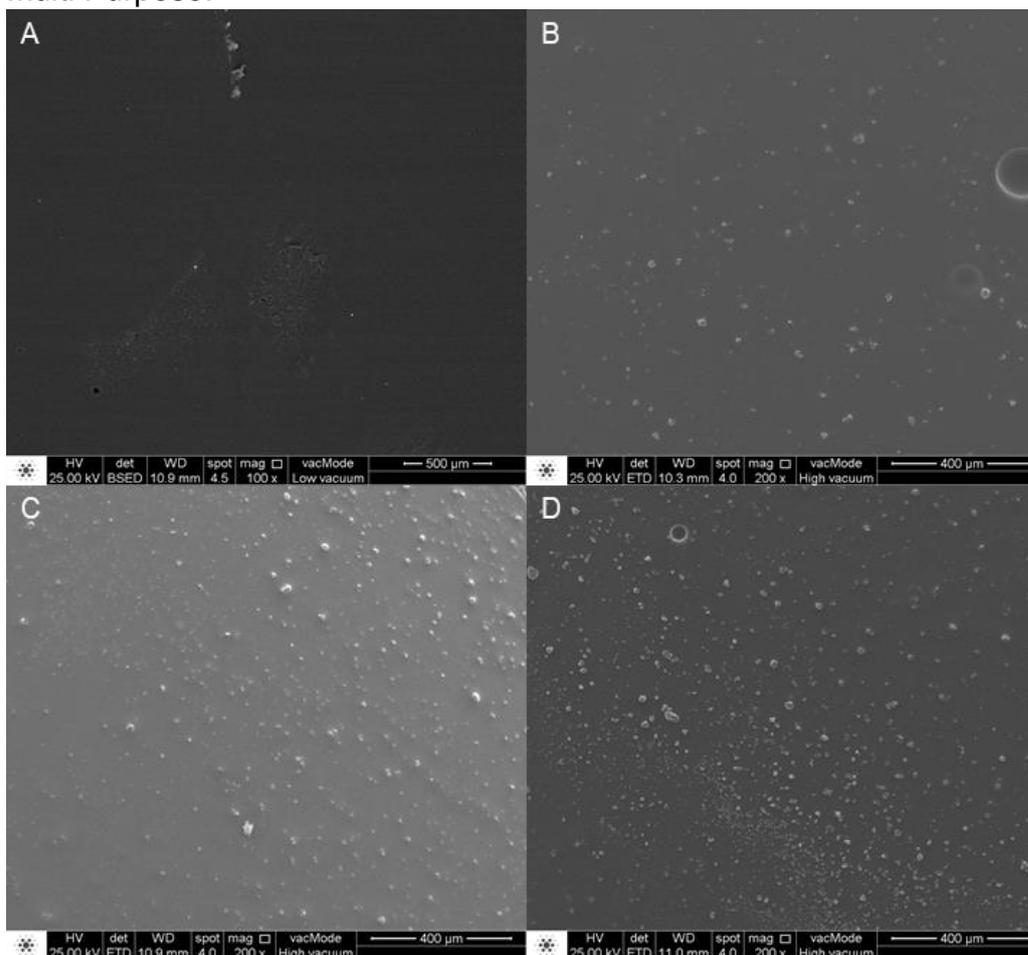
Variância (ANOVA) a 2 fatores com as variáveis independentes: sistema adesivo e concentração de vidro bioativo F-18. Para comparação múltipla foi utilizado o pós-teste de Tukey. Ambos os testes foram realizados ao nível de significância de 5%.

5 RESULTADOS

5.1 Análise de Distribuição e Dispersão das Micropartículas

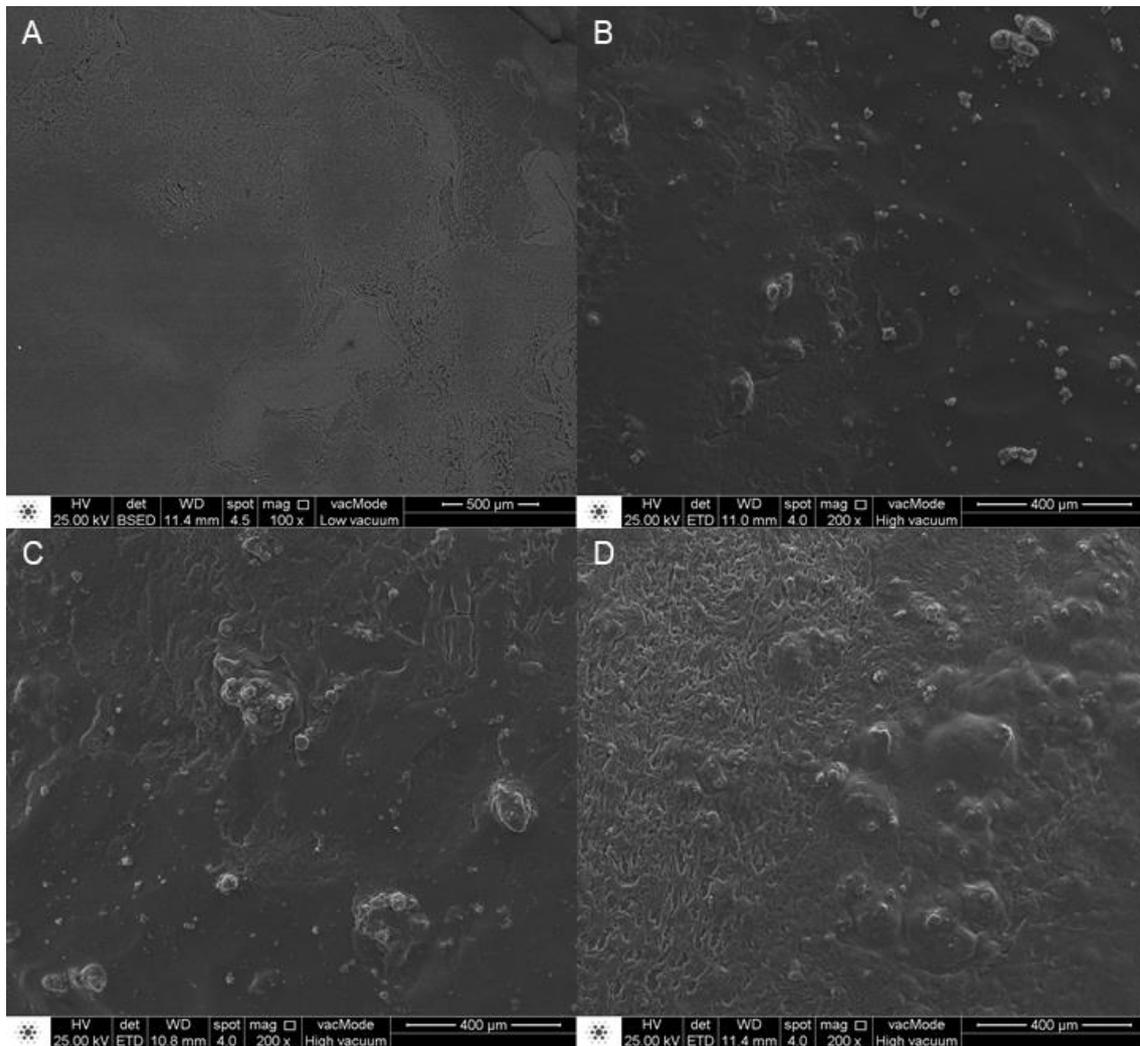
Abaixo seguem as imagens em microscopia eletrônica de varredura ilustrando a distribuição das micropartículas de vidro bioativo F-18 incorporado aos diferentes sistemas adesivos, de acordo com cada concentração testada (Figuras 12 a 14). De maneira geral foi observado boa dispersão das micropartículas independente da concentração de VB e do sistema adesivo utilizado, no entanto é possível sempre observar a presença de aglomerados do material. Além disso, imagens da suspensão do pó do vidro bioativo também foram obtidas com o intuito de analisar a conformação das partículas e aglomerados do material (Figura 15).

Figura 12 – Imagens em microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (200x) ilustrando a dispersão do vidro bioativo F-18 nas concentrações de 0% (A), 1% (B), 2% (C) e 5% (D) incorporados ao sistema adesivo Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose.



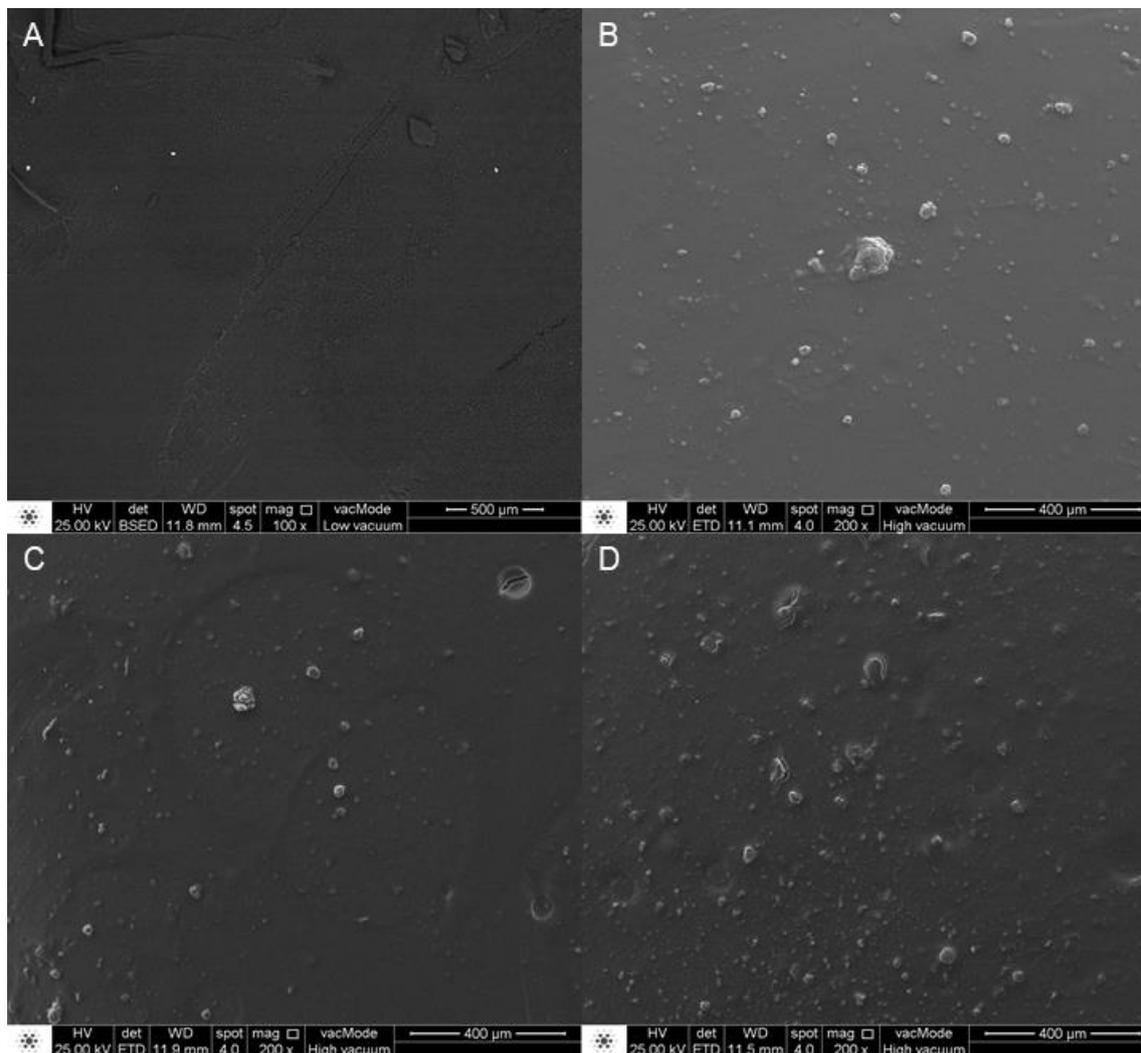
Fonte: Elaboração própria.

Figura 13 – Imagens em microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (200x) ilustrando a dispersão do vidro bioativo F-18 nas concentrações de 0% (A), 1% (B), 2% (C) e 5% (D) incorporados ao sistema adesivo Adper™ Single Bond.



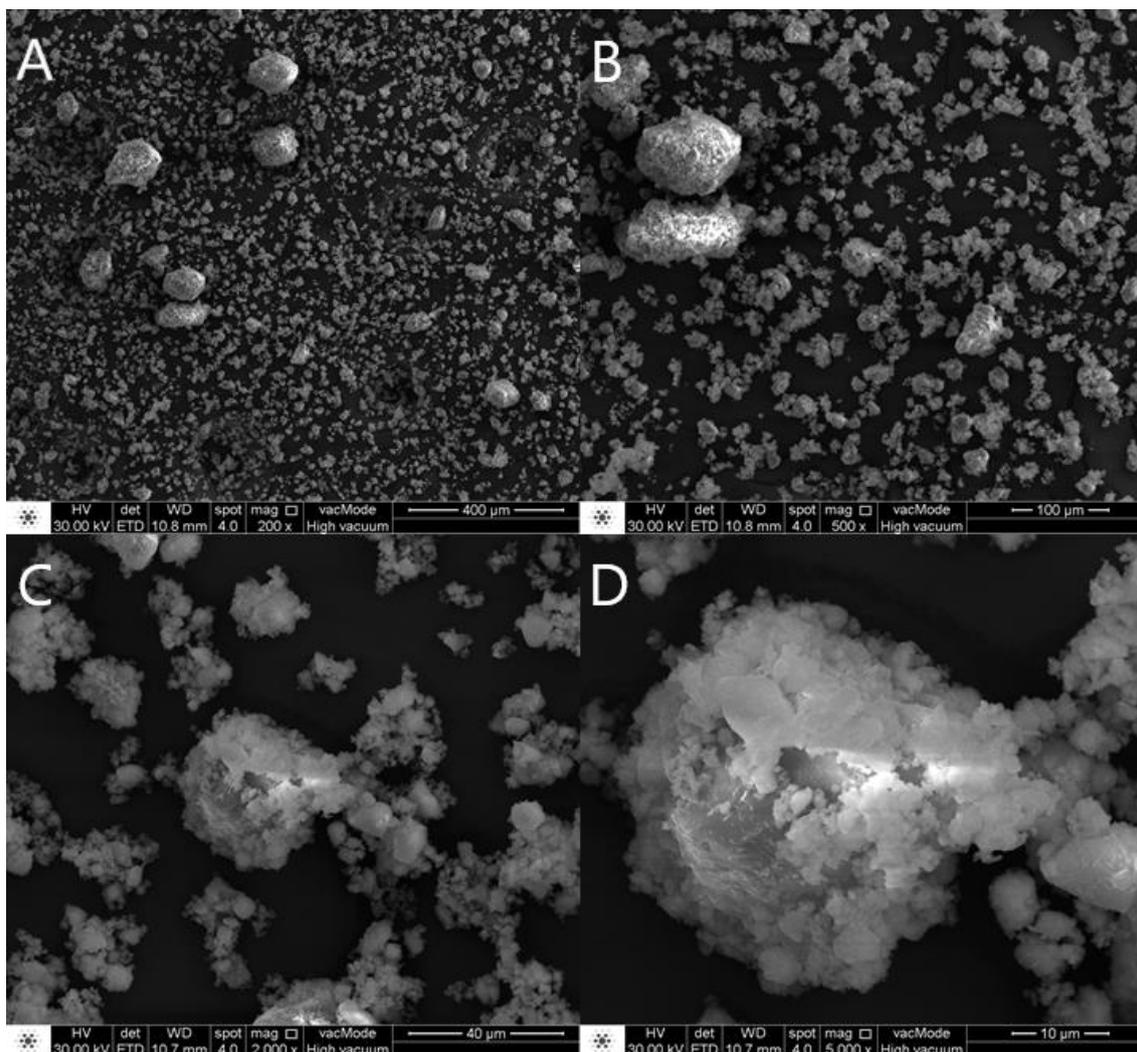
Fonte: Elaboração própria.

Figura 14 – Imagens em microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) (200x) ilustrando a dispersão do vidro bioativo F-18 nas concentrações de 0% (A), 1% (B), 2% (C) e 5% (D) incorporados ao sistema adesivo Clearfil SE Bond.



Fonte: Elaboração própria.

Figura 15 – Imagens em microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) do pó de vidro bioativo F-18 nos aumentos de 200x (A), 500x (B), 2000x (C) e 5000x (D).



Fonte: Elaboração própria.

5.2 Grau de Conversão

Na Tabela 1 encontram-se as médias e desvios padrão obtidos para o grau de conversão (%), de acordo com o sistema adesivo utilizado: A – Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, S – Adper™ Single Bond e C – Clearfil SE Bond, e as concentrações de vidro bioativo: 0, 1, 2 e 5 %. A análise de variância apontou significância dos fatores principais: adesivo ($p < 0,001$) e concentração ($p = 0,011$), mas não da interação ($p = 0,234$). Por essa razão, foi aplicado o teste de Tukey para a comparação das médias obtidas para os diferentes sistemas adesivos e diferentes concentrações de vidro bioativo, independentemente um do outro, como se pode observar na Tabela 1.

Observa-se que os três sistemas adesivos apresentaram médias para o grau de conversão distintas entre si, na seguinte ordem: A<C<S, independente da concentração de vidro bioativo utilizada.

Tabela 1 – Média (desvio padrão) de graus de conversão (%), de acordo com o sistema adesivo e a concentração de vidro bioativo

Concentração de vidro (%)	Sistema adesivo		
	A	S	C
0	65,9 (2,7) ^a	97,2 (2,8) ^b	74,6 (2,2) ^c
1	71,7 (2,3) ^a	97,0 (1,8) ^b	78,4 (2,0) ^c
2	70,6 (4,1) ^a	96,8 (1,8) ^b	79,9 (3,0) ^c
5	68,8 (4,4) ^a	94,7 (3,8) ^b	77,2 (3,9) ^c

Nota: Anova indicou somente efeito significativo dos fatores principais, mas não da interação. Médias acompanhadas de letras iguais não são significativamente diferentes pelo teste de Tukey ($p>0,05$).

Letras A – Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, S – Adper™ Single Bond e C – Clearfil SE Bond) e Números (0, 1, 2 e 5) significam as concentrações do vidro bioativo utilizado, sendo 0 o grupo controle, sem adição de vidro bioativo.

Fonte: Elaboração própria.

5.3 Umectabilidade

Na Tabela 2 observam-se as médias e desvios padrão para os valores de umectabilidade, de acordo com os sistemas adesivos: A – Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, S – Adper™ Single Bond e C – Clearfil SE Bond, e as concentrações de vidro bioativo: 0, 1, 2 e 5 %. A análise de variância mostrou efeito significativo do sistema adesivo ($p<0,001$), mas não das concentrações do vidro bioativo ($p=0,525$) ou da interação entre os dois fatores ($p=0,098$). De acordo com o teste de Tukey, observa-se que a média de A foi significativamente maior do que as médias dos outros dois sistemas S e C, estas duas equivalentes entre si.

Tabela 2 – Média (desvio padrão) de umectabilidade, de acordo com o sistema adesivo e a concentração de vidro bioativo

Concentração de vidro (%)	Sistema adesivo		
	A	S	C
0	44,46 (7,99) ^b	28,74 (7,74) ^a	28,72 (6,30) ^a
1	39,22 (7,40) ^b	40,38 (6,11) ^a	31,92 (10,83) ^a
2	48,18 (6,81) ^b	29,04 (5,66) ^a	37,82 (12,29) ^a
5	45,28 (6,75) ^b	29,14 (4,74) ^a	35,20 (12,03) ^a

Nota: A anova identificou somente efeito significativo de sistema adesivo. Médias de sistema adesivo acompanhadas de letras iguais não são significativamente diferentes, independentemente das concentrações de vidro, pelo teste de Tukey ($p > 0,05$)

Letras A – Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, S – Adper™ Single Bond e C – Clearfil SE Bond) e Números (0, 1, 2 e 5) significam as concentrações do vidro bioativo utilizado, sendo 0 o grupo controle, sem adição de vidro bioativo.

Fonte: Elaboração própria.

5.4 Microcisalhamento

Na Tabela 3 encontram-se as médias e desvios padrão obtidos do teste de microcisalhamento, em MPa, de acordo com os sistemas adesivos utilizados: A – Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, S : – Adper™ Single Bond e C – Clearfil SE Bond, e as concentrações de vidro bioativo: 0, 1, 2 e 5 %. A análise de variância apontou efeito significativo do fator adesivo sobre o microcisalhamento ($p < 0,001$), mas não do fator concentração ($p = 0,939$) ou da interação desses fatores ($p = 0,437$). O teste de Tukey mostrou que as médias de microcisalhamento obtidas para os diferentes sistemas adesivos A e S são equivalentes ($p > 0,05$) e significativamente maiores do que a média de C ($p < 0,05$), seja qual for a concentração de vidro empregada. Logo após, foram feitas análises de padrão de falha tanto por lupa estereoscópica (Tabela 4) como de forma ilustrativa por MEV (Figura 16).

Tabela 3 – Média (desvio padrão) para a resistência adesiva ao microcissalhamento (MPa), de acordo com o sistema adesivo e a concentração de vidro bioativo

Concentração de vidro (%)	Sistema adesivo		
	A	S	C
0	31,6 (7,3) ^b	29,3 (7,2) ^b	17,9 (4,0) ^a
1	29,2 (5,5) ^b	27,9 (5,1) ^b	22,4 (2,6) ^a
2	30,2 (4,9) ^b	29,8 (7,2) ^b	20,4 (4,2) ^a
5	33,5 (7,9) ^b	27,1 (6,1) ^b	21,1 (2,6) ^a

Nota: A anova somente identificou efeito de sistema adesivo sobre o microcissalhamento, sendo as médias com letras iguais não significativamente diferentes pelo teste de Tukey ($p>0,05$).

Letras A – Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose, S – Adper™ Single Bond e C – Clearfil SE Bond) e Números (0, 1, 2 e 5) significam as concentrações do vidro bioativo utilizado, sendo 0 o grupo controle, sem adição de vidro bioativo.

Fonte: Elaboração própria.

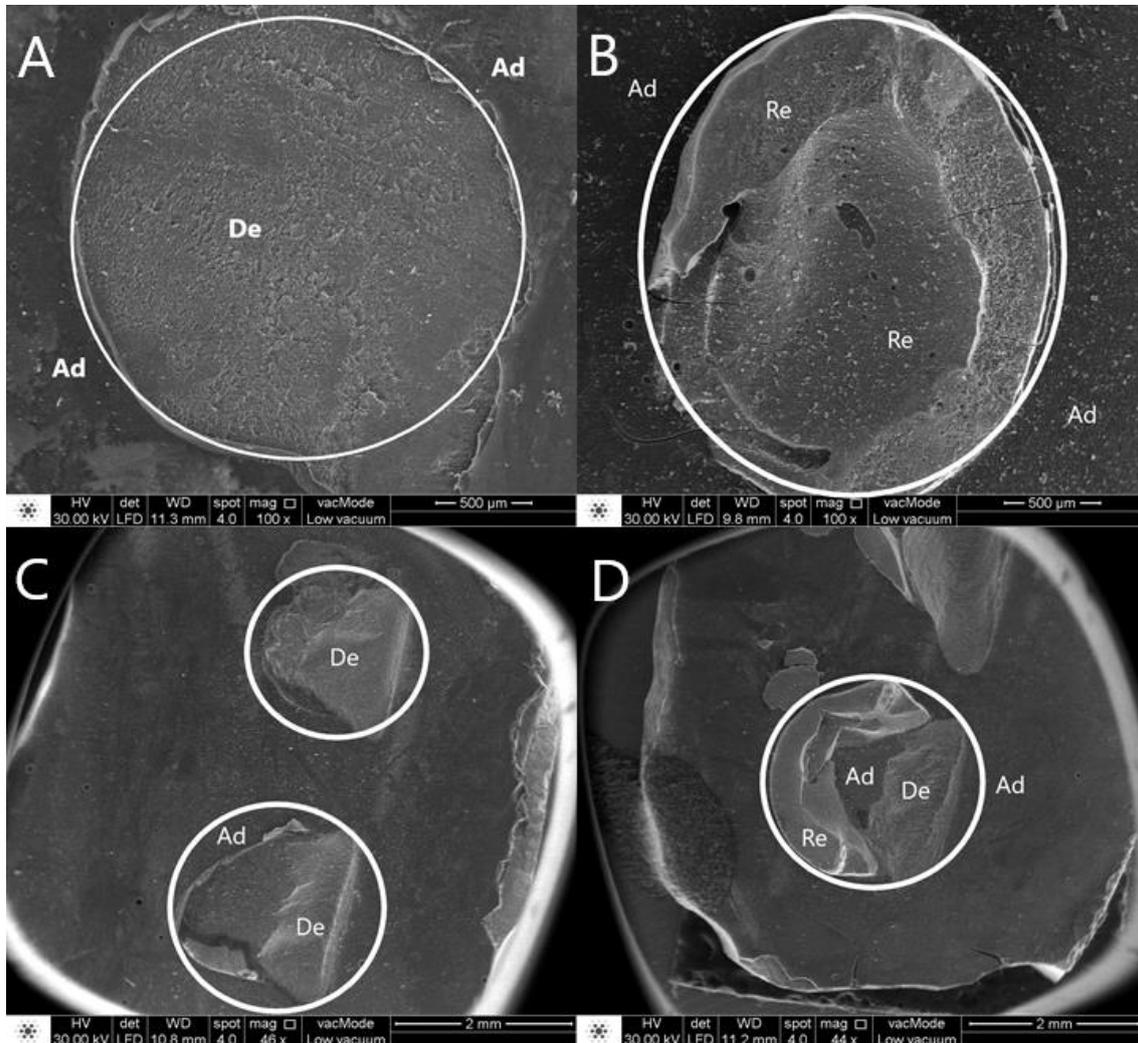
5.5 Padrão de Falha

Tabela 4- Padrão de falha dos espécimes após o teste de microcissalhamento

Adesivo	Concentração de vidro bioativo (%)	Adesiva	Coésiva em dentina	Coésiva em resina	Mista
Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose	0	12 (75%)	1 (6,25%)	0 (0%)	3 (18,75%)
	1	12 (75%)	0 (0%)	0 (0%)	4 (25%)
	2	14 (87,5%)	0 (0%)	0 (0%)	2 (12,5%)
	5	10 (62,5%)	0 (0%)	2 (12,5%)	4 (25%)
Adper™ Single Bond	0	14 (87,5%)	1 (6,25%)	0 (0%)	1 (6,25%)
	1	12 (75%)	0 (0%)	2 (12,5%)	2 (12,5%)
	2	11 (68,75%)	0 (0%)	0 (0%)	5 (31,25%)
	5	13 (81,25%)	0 (0%)	0 (0%)	3 (18,75%)
Clearfil SE Bond	0	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)
	1	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)
	2	11 (68,75%)	0 (0%)	0 (0%)	5 (31,25%)
	5	16 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)

Fonte: Elaboração própria.

Figura 16 – Imagens em microscopia Eletrônica de Varredura (MEV) nos aumentos de 45x e 100x ilustrando/exemplificando o padrão de falha após os testes de microcisalhamento das amostras. Falha adesiva (A). Falha coesiva em resina (B). Falha coesiva em dentina (C). Falha mista (adesiva e coesiva) (D). Letras: Ad: adesivo; De: dentina; Re: resina.



Fonte: Elaboração própria.

6 DISCUSSÃO

Os vidros bioativos têm sido aplicados na Odontologia com um conceito bastante promissor na remineralização dentinária, entretanto a incorporação deles em materiais odontológicos ainda vem sendo avaliada^{31,44,74}. A possibilidade de resultados positivos futuros entre essa associação irá permitir verificar a possibilidade de aliar o valor terapêutico e remineralizador do material vidro bioativo sem prejudicar o comportamento das propriedades físico-mecânicas dos materiais utilizados na prática clínica. No entanto, até o momento a literatura é escassa acerca do assunto mencionado acima.

Uma das propriedades testada no presente trabalho que é de bastante relevância para o desempenho dos sistemas adesivos em cavidade oral é o grau de conversão dos monômeros resinosos em polímeros. Um elevado grau de conversão é uma propriedade fundamental para reduzir a degradação do material em ambiente bucal, contribuindo para baixa sorção de água. Condições como o aumento de temperatura, contribui para uma redução da viscosidade e aumento da conversão de monômeros resinosos^{53,70,71}.

No procedimento clínico deve-se tomar cuidado na etapa de evaporação do solvente, pois pode incorporar oxigênio na camada de adesivo e prejudicar a polimerização subsequente, comprometendo a criação de uma matriz polimérica bem definida⁶⁴. Em contrapartida com o excesso de água na camada adesiva pode ocorrer diminuição do grau de conversão e aumentar a permeabilidade local pela dificuldade da reação de monômeros^{59,65,77}. No presente estudo, o sistema adesivo S apresentou o maior percentual de grau de conversão independentemente da concentração de vidro bioativo presente, enquanto o sistema adesivo A apresentou menores valores, possivelmente devido ao alto conteúdo de compostos de alto peso molecular presente na sua composição que elevam o grau de viscosidade do material.

Com a incorporação de micropartículas do vidro bioativo nos sistemas adesivos poderia existir a possibilidade de que a cadeia de monômeros tivesse sua mobilidade prejudicada no momento da polimerização e resultar em menor conversão em polímeros⁴⁴. No entanto, dentro da metodologia que foi realizada, os sistemas adesivos não apresentaram diminuição dos valores que fossem

estatisticamente significantes.

O pré-tratamento da dentina durante um protocolo adesivo além de aumentar a rugosidade local e favorecer a penetração dos monômeros na zona desmineralizada, permite maior molhamento do líquido no substrato. Mesmo diante de influências como: rugosidade superficial, desigualdades químicas na composição superfície sólida (diferentes tecidos da estrutura dental) e de circunstâncias de hidratação; o teste do ângulo de contato é bem indicado para avaliar as propriedades de umectabilidade, pois reflete o grau de propagação do líquido sobre o substrato dental e é feito de forma não invasiva^{51,54}. Em outras palavras, a interação e afinidade da dentina com o sistema adesivo pode ser quantificada por determinação do ângulo de contato. É importante frisar que a composição química dos sistemas adesivos também pode explicar possíveis diferenças no ângulo de contato^{49,69}. Adicionalmente, os debris superficiais derivados de preparos cavitários que resultam em *smear layer* atuam reduzindo a energia superficial prejudicando a permeabilidade dentinária e conseqüentemente a adesão⁵⁰. O condicionamento ácido da superfície dentinária promove aumento no diâmetro dos túbulos dentinários juntamente com aumento da rugosidade da superfície. Além disso, a superfície deve apresentar baixa energia livre de superfície mediante a diminuição de conteúdo mineral e maior exposição das fibras colágenas. Dependendo da área e profundidade da dentina e do diâmetro dos túbulos dentinários, a molhabilidade pode aumentar e ângulos de contato menores são formados⁶⁹. Em princípio, quanto maior a energia livre de superfície, menor ângulo de contato^{54,69}. Sendo assim, o cuidado com a aplicação do primer é fundamental para um bom molhamento do componente adesivo sobre a dentina.

É interessante mencionar que o substrato utilizado para o teste se trata de amostras biológicas que mesmo sendo submetidas ao mesmo tipo de tratamento padronizado, possuem composição heterogênea e rugosidades diferentes. Amostras dentinárias geralmente precisam estar hidratadas e essa camada superficial aquosa possui espessura variável. Diante desse tipo de substrato, os possíveis ângulos de contato podem apresentar um intervalo de confiança largo^{51,69}.

No presente estudo, o sistema adesivo Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose apresentou maior ângulo de contato na superfície dentinária, indicando conseqüentemente a menor capacidade de molhamento entre os adesivos testados. A tendência é que sistemas adesivos que possuem maior ângulo de contato na superfície dentinária promovam selamentos marginais deficientes, conseqüentemente maiores níveis de microinfiltração⁴⁹. Entretanto, sistemas adesivos convencionais de 3 passos são considerados padrão ouro na literatura em relação à resistência adesiva, mostrando que a propriedade de umectabilidade do sistema adesivo não é o único quesito determinante para se avaliar uma adequada longevidade da interface adesiva^{55,60,68}.

Os sistemas adesivos Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose e Adper™ Single Bond são classificados como convencionais de 3 e 2 passos, respectivamente, e que utilizam ácido fosfórico na concentração de 37% em combinação ao protocolo recomendado. Enquanto o Adper™ Scotch™ Bond Multi Purpose apresenta como solvente do primer a água, o Adper™ Single Bond apresenta álcool e água. O álcool como solvente apresenta melhor infiltração na dentina desmineralizada e isso pode justificar os maiores valores obtidos para o ângulo de contato para o sistema adesivo A⁵⁴. Além disso, os sistemas que possuem a água como solvente precisam de tempo maior para estabilização do molhamento da gota sobre o substrato dentinário⁶⁹. No presente trabalho durante 1 minuto, o sistema adesivo C (à base de água) não demonstrou diferença estatística significativa do sistema adesivo S (à base de água e etanol) independente do acréscimo ou não de vidro bioativo F-18, porém o adesivo em questão é utilizado com outro tipo de protocolo e detalhes acerca dele serão comentados posteriormente.

Outro motivo pode ser explicado pelo percentual mais elevado de monômero de alto peso molecular Bis-GMA na composição do adesivo A (quadro 1) o que o torna mais viscoso e de acordo com os resultados mencionados na Tabela 2, pode prejudicar a molhabilidade do adesivo no substrato dentinário.

No experimento realizado, os espécimes tiveram o excesso de água removido com papel absorvente e foram levemente secas com jato de ar (5 seg.) após a aplicação do primer para remover o excesso de líquido remanescente nos túbulos e nas superfícies dentinárias, permitindo que a rede de colágeno

exposta pelo ataque ácido ainda fique bem estruturada, e a resina do sistema adesivo penetre com maior facilidade. O que se considera de suma importância, visto que o molhamento e a impregnação do adesivo na dentina são fatores fundamentais para obtenção de boa adesão⁵⁴.

Para o sistema adesivo Clearfil SE Bond, à medida que o espalhamento do primer ácido acontece sobre a superfície dentinária, a desmineralização se inicia e as características da superfície podem variar⁷⁸. Já foi relatado que a desmineralização da dentina tanto por ácido fosfórico como por primers ácidos fornecem aumento da molhabilidade da superfície, porém com menor presença de rugosidade nas superfícies condicionadas com os primers⁷.

Como mencionado, a incorporação do vidro bioativo em diferentes concentrações nos sistemas adesivos não demonstraram significância nos valores obtidos para o teste de umectabilidade. É interessante mencionar que os valores numéricos dos resultados apresentados (Tabela 2) apresentaram pequenas controvérsias quanto ao percentual de vidro bioativo incorporado, essas podem ser atribuídas pelas possíveis aglomerações de micropartículas como ilustradas na Figura 15.

Idealmente, a interação entre o sistema adesivo e a estrutura dental para o sucesso clínico de uma restauração deve promover boa retenção, vedação marginal e ter durabilidade clínica^{63,72}. O meio de avaliação desse tipo de comparação é mediado por testes de resistência adesiva⁷³. De acordo com Yamaguchi et al.⁵², existe certa dificuldade de se obter precisão nos resultados devido à variedade das propriedades e tratamentos dos espécimes, testes e metodologias diferentes.

A resistência ao microcisalhamento representa o valor máximo da força que um material pode suportar quando deslocado paralelamente da superfície do substrato, que no caso do presente estudo foi a dentina. Esse tipo de teste apresenta alguns benefícios como a facilidade de preparo de espécimes e medição de pequenas áreas⁷³ podendo avaliar um parâmetro em específico e poder comparar o comportamento do grupo experimental com o padrão ouro utilizado⁵⁶.

No entanto, apesar de avaliar a interação de materiais frágeis como resina composta e dentina, fatores relacionados à metodologia como a carga e a velocidade utilizadas podem variar e ter influência nos valores obtidos. Dependendo do aumento demasiado da velocidade da carga aplicada, as distribuições de tensão no espécime podem influenciar no valor obtido da resistência adesiva⁵⁷. A metodologia utilizada no presente trabalho foi feita aplicando os sistemas adesivos sobre todo o substrato dentinário e curados posteriormente. Outro fator que pode ser mencionado é a respeito da confecção de espécimes dos materiais e os riscos de terem defeitos presentes durante do preparo até o momento do teste⁵².

Apesar dos valores do teste de resistência adesiva demonstrarem uma percepção de comparação de diferentes adesivos e metodologias, existem fatores que não são avaliados e que poderiam interferir numa longevidade clínica como carga mastigatória, contração térmica e de polimerização que podem gerar tensões na interface adesiva⁵². Além de mencionar as características heterogêneas da estrutura e da composição do elemento dental, as características do próprio adesivo e protocolos utilizados^{56,57}. No presente trabalho ainda modificamos os sistemas adesivos com a incorporação do vidro bioativo em diferentes concentrações e que poderia também influenciar nos resultados obtidos.

Os resultados do presente estudo apontaram que as diferentes concentrações do vidro bioativo F-18 adicionadas aos 3 sistemas adesivos com diferentes formulações não influenciaram na propriedade de microcisalhamento. Embora não ainda não exista relatos na literatura acerca que avaliaram diretamente a interação desse tipo de material com sistemas adesivos, estudos similares com incorporação de materiais bioativos já foram realizados e apresentaram resultados satisfatórios em virtude dos benefícios desses materiais^{21,44}.

De acordo com o resultado do presente estudo, o adesivo autocondicionante de 2 passos Clearfil SE Bond apresentou menor resistência adesiva do que os demais independentemente da presença ou não de vidro bioativo. Esses resultados estão de acordo com a revisão sistemática de Masarwa et al.⁷ (2016), que nas avaliações nos intervalos após 24 horas os

sistemas adesivos convencionais apresentam valores de resistência de união maiores que os autocondicionantes. Isso pode ter acontecido devido ao primer do autocondicionante utilizado ter uma viscosidade maior, podendo prejudicar a penetração na dentina na formação da camada híbrida^{10,73}. A infiltração incompleta dos monômeros resinosos, adicionalmente com polimerização inadequada e alterações na matriz orgânica da dentina podem levar a falha adesiva ao longo do tempo, independentemente de a resistência adesiva inicial ser alta^{10,73}.

A avaliação do padrão de falha é importante, pois gera informações úteis visto que um aumento de falhas coesivas geralmente indica resistência adesiva maior⁵² e essa correlação pode ser vista no presente estudo, pois os dois sistemas adesivos que tinham o protocolo de condiciona e lava apresentaram maiores índices de falhas coesivas (Tabela 4).

Relacionando os resultados de microcislamento em 24 horas com os de umectabilidade, pode-se observar que houve uma inversão de resultados com o adesivo A. Apesar dos maiores valores do ângulo de contato, o sistema adesivo apresentou as maiores médias de resistência adesiva e com isso se reafirma que a umectabilidade do adesivo sobre a dentina é um fator importante, mas podem existir outros que determinem uma melhor adesão.

Devido a tamanha importância da manutenção da camada híbrida, diversos estudos laboratoriais são focados em criar estratégias para avaliar a resistência adesiva avaliando diferentes substratos^{59,66}, composições diferentes^{58,65,78} ou modificando a composição original dos sistemas adesivos^{58,78} e protocolos^{60,63,71} com posteriores testes mecânicos tendo finalidade de se obterem as melhores condições possíveis para resultados favoráveis no futuro.

Materiais bioativos já haviam sido incorporados a sistemas adesivos^{21,61,62} demonstrando manutenção da camada híbrida, inclusive com redução da nanoinfiltração²¹, o que de fato é interessante que se avalie também com a utilização do vidro bioativo F-18, pois ao longo do tempo que ocorrerá deposição de minerais na interface adesiva.

A incorporação de micropartículas do vidro bioativo em sistemas adesivos é uma opção promissora uma vez que não requer etapas extras para inserir o

vidro bioativo na camada adesiva e apresentam capacidade de remineralização, o que seria interessante para repor o mineral que foi removido durante o condicionamento ácido. Essa biomineralização das fibrilas de colágeno além de recuperar as propriedades mecânicas da dentina, protege contra a ação da degradação por metaloproteinases com o aumento do pH local^{19,20,75}.

No presente estudo, ainda foi possível ver uma pequena elevação das médias do adesivo C nos grupos com incorporação de vidro bioativo. É interessante mencionar que esse tipo de sistema adesivo apresenta monômeros 10-MDP que interagem com o cálcio e como na composição do vidro bioativo F-18 existe esse mineral e o mecanismo de ação do vidro ao entrar em contato com fluidos corporais é a deposição de hidroxiapatita, pode ser atribuído esse aumento da resistência adesiva na interação adesivo e vidro bioativo^{35,47}.

De acordo com estudos anteriores, a utilização de partículas de materiais bioativos podem apresentar diferença estatística^{44,76} ou não^{31,70,75} em relação aos sistemas adesivos do grupo controle. Provavelmente pelas características e quantidade do material incorporado e composição dos diferentes sistemas adesivos. Como mencionado anteriormente, ainda não existem estudos comparativos do presente vidro bioativo e sua interação com os adesivos testados no presente trabalho.

O fato de que em nenhuma das propriedades testadas nos diferentes sistemas adesivos, o vidro bioativo afetou negativamente os resultados, pode ser considerado uma informação pode ser considerada interessante, visto que pode-se associar as qualidades do vidro bioativo F-18 na remineralização local, aumento de pH e propriedades antimicrobianas^{30,67,74} desempenhando de forma sinérgica na manutenção da camada híbrida.

7 CONCLUSÃO

Considerando os resultados obtidos nesse estudo, pôde-se concluir que:

- O vidro bioativo F-18 pode ser associado com os sistemas adesivos testados nas concentrações de 1, 2 e 5% sem ter influência nas presentes propriedades físico-mecânicas. Viabilizando uma possível utilização clínica;
- O sistema adesivo Adper™ Single Bond pode ser considerado o sistema adesivo mais efetivo diante dos testes propostos pelo estudo.

No entanto mais estudos são necessários para avaliar a médio e longo prazo a influência da incorporação de vidro bioativo F-18, tanto de forma laboratorial como clínica, com o intuito de avaliar o comportamento e implicação dessa incorporação nas diferentes propriedades dos sistemas adesivos.

REFERÊNCIAS*

1. Chaplin C. Vida e pensamentos. Sumaré: Martin Claret; 1997. p. 118.
2. Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Berry TP, Watanabe H, Erickson RL, et al. Influence of different etching modes on bond strength and fatigue strength to dentin using universal adhesive systems. *Dent Mater.* 2016; 32(2): e9–21.
3. Hass V, Luque-Martinez IV, Gutierrez MF, Moreira CG, Gotti VB, Feitosa VP, et al. Collagen cross-linkers on dentin bonding: stability of the adhesive interfaces, degree of conversion of the adhesive, cytotoxicity and in situ MMP inhibition. *Dent Mater.* 2016; 32(6): 732–41.
4. Tjäderhane L, Nascimento FD, Breschi L, Mazzoni A, Tersariol ILS, Geraldini S, et al. Optimizing dentin bond durability: control of collagen degradation by matrix metalloproteinases and cysteine cathepsins. *Dent Mater.* 2013; 29(1): 116–35.
5. Profeta AC, Mannocci F, Foxton RM, Thompson I, Watson TF, Sauro S. Bioactive effects of a calcium/sodium phosphosilicate on the resin–dentin interface: a microtensile bond strength, scanning electron microscopy, and confocal microscopy study. *Eur J Oral Sci.* 2012; 120(4): 353–62.
6. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011; 27(1):17-28.
7. Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlal R, Steier L. Longevity of self-etch dentin bonding adhesives compared to etch-and-rise dentin bonding adhesives: a systematic review. *J Evid Based Dent Pract.* 2016; 16(2): 96-106.
8. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011; 27(1): 1-16.
9. Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, et al. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent.* 2015; 40(3): 282-92.

* De acordo com o Guia de Trabalhos Acadêmicos da FOAr, adaptado das Normas Vancouver. Disponível no site da Biblioteca: <http://www.foar.unesp.br/Home/Biblioteca/guia-de-normalizacao-atualizado.pdf>

10. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008; 24(1): 90-101.
11. Hashimoto M, Nagano F, Endo K, Ohno H. A review: biodegradation of resin-dentin bonds. *Jpn Dent Sci Rev* 2011; 47(1): 5–12.
12. Reis A, Carrilho M, Breschi L, Loguercio AD. Overview of clinical alternatives to minimize the degradation of the resin-dentin bonds. *Oper Dent.* 2013; 38(4): E1-E25.
13. Spencer P, Ye Q, Park J, Topp EM, Misra A, Marangos O, et al. Adhesive/dentin interface: the weak link in the composite restoration. *Ann Biomed Eng.* 2010; 38(6): 1989-2003.
14. Metz I, Rothmaier K, Pitchika V, Crispin A, Hickel R, Garcia-Godoy F, et al. Risk factors for secondary caries in direct composite restorations in primary teeth. *Int J Paediatr Dent.* 2015; 25(6): 451-61.
15. Tjäderhane L. Dentin bonding: can we make it last?. *Oper Dent.* 2015; 40(1): 4-18.
16. Bertassoni LE, Habelitz S, Kinney JH, Marshall SJ, Marshall GW Jr. Biomechanical perspective on the remineralization of dentin. *Caries Res.* 2009; 43(1): 70-7.
17. Zhong B, Peng C, Wang G, Tian L, Cai Q, Cui F. Contemporary research findings on dentine remineralization. *J Tissue Eng Regen Med.* 2015; 9(9): 1004-16.
18. Lin HP, Lin J, Li J, Xu JH, Mehl C. In vitro remineralization of hybrid layers using biomimetic analogs. *J Zhejiang Univ Sci B.* 2016; 17(11): 864-73.
19. Tay FR, Pashley DH. Guided tissue remineralisation of partially demineralised human dentine. *Biomaterials.* 2008; 29(8): 1127-37.
20. Osorio R, Yamauti M, Sauro S, Watson TF, Toledano M. Experimental resin cements containing bioactive fillers reduce matrix metalloproteinase-mediated dentin collagen degradation. *J Endod.* 2012; 38(9): 1227-32.
21. Profeta AC, Mannocci F, Foxton R, Watson TF, Feitosa VP, De Carlo B, et al. Experimental etch-and-rinse adhesives doped with bioactive calcium silicate-based micro-fillers to generate therapeutic resin–dentin interfaces. *Dent Mater.* 2013; 29(7): 729-41.

22. Sauro S, Osorio R, Osorio E, Watson TF, Toledano M. Novel light curable materials containing experimental bioactive microfillers remineralise mineral-depleted bonded-dentine interfaces. *J Biomater Sci Polym.* 2013; 24(8): 940–56.
23. Sauro S, Osorio R, Watson TF, Toledano M. Therapeutic effects of novel resin bonding systems containing bioactive glasses on mineral-depleted areas within the bonded-dentine interface. *J Mater Sci Mater Med.* 2012; 23(6): 1521-32.
24. Toledano M, Sauro S, Cabello I, Watson T, Osorio R. A Zndoped etch-and-rinse adhesive may improve the mechanical properties and the integrity at the bonded-dentin interface. *Dent Mater.* 2013; 29(8): 142-52.
25. Toledano M, Yamauti M, Ruiz-Requena ME, Osorio R. A ZnO-doped adhesive reduced collagen degradation favouring dentine remineralization. *J Dent.* 2012; 40(9): 756-65.
26. Osorio R, Sauro S, Watson TF, Toledano M. Polyaspartic acid enhances dentine remineralization bonded with a zinc-doped Portland-based resin cement. *Int Endod J.* 2015; 49: 874–83.
27. Abbasi Z, Bahrololoom ME, Shariat MH, Bagheri R. Bioactive glasses in dentistry: a review. *J Dent Biomater.* 2015; 2(1):1-9.
28. Jones JR. Review of bioactive glass: from Hench to hybrids. *Acta Biomater.* 2013; 9(1): 4457-86.
29. Salonen JI, Arjasmaa M, Tuominen U, Behbehani MJ, Zaatar EI. Bioactive glass in dentistry. *J Minim Interv Dent.* 2009; 2(4): 208-19.
30. Begum S, Johnson WE, Worthington T, Martin RA. The influence of pH and fluid dynamics on the antibacterial efficacy of 45S5 bioglass. *Biomed Mater.* 2016; 11(1): 015006.
31. Carneiro KK, Meier MM, Santos CC, Maciel AP, Carvalho CC, Bauer J. Adhesives doped with bioactive niobophosphate micro-filler: degree of conversion and microtensile bond. *Braz Dent J.* 2016; 27(6): 705-11.
32. De Munck J, Mine A, Van den Steen PE, Van Landuyt KL, Poitevin A, Opdenakker G, et al. Enzymatic degradation of adhesive–dentin interfaces produced by mild self-etch adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2010; 118(5): 494-501.

33. Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjäderhane L, et al. Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials*. 2006; 27(25): 4470-6.
34. Osorio R, Cabello I, Medina-Castillo AL, Osorio E, Toledano M. Zinc-modified nanopolymers improve the quality of resin–dentin bonded interfaces. *Clin Oral Investig*. 2016; 20(9): 2411-20.
35. Fernando D, Attik N, Pradelle-Plasse N, Jackson P, Grosogogeat B, Colon P. Bioactive glass for dentin remineralization: a systematic review. *Mater Sci Eng C Mater Biol Appl*. 2017; 76:1369-77.
36. Wang X, Chen W, Liu Q, Gao K, Wang G, Gao L, et al. Function and mechanism of mesoporous bioactive glass adsorbed epidermal growth factor for accelerating bone tissue regeneration. *Biomed Mater*. 2017; 12(2): 025020.
37. Wang Z, Jiang T, Sauro S, Pashley DH, Toledano M, Osorio R, et al. The dentine remineralization activity of a desensitizing bioactive glass-containing toothpaste: an in vitro study. *Aust Dent J*. 2011; 56(4): 372-81.
38. Hench LL. Chronology of bioactive glass development and clinical applications. *New J. Glass Ceram*. 2013; 3: 67–73.
39. Hench LL. The story of Bioglass. *J Mater Sci Mater Med*. 2006; 17(11): 967-78.
40. Efflandt SE, Magne P, Douglas WH, Francis LF. Interaction between bioactive glasses and human dentin. *J Mater Sci Mater Med*. 2002;13(6) :557-65.
41. Besinis A, van Noort R, Martin N. Remineralization potential of fully demineralized dentin infiltrated with silica and hydroxyapatite nanoparticles. *Dent Mater*. 2014; 30(3): 249-62.
42. Leonor IB, Balas F, Kawashita M, Reis RL, Kokubo T, Nakamura T. Biomimetic apatite deposition on polymeric microspheres treated with a calcium silicate solution. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2009; 91(1): 239-47.
43. Vollenweider M, Brunner TJ, Knecht S, Grass RN, Zehnder M, Imfeld T, et al. Remineralization of human dentin using ultrafine bioactive glass particles. *Acta Biomater*. 2007; 3(6):936-43.

44. Bauer J, Carvalho EM, Carvalho CN, Meier MM, Souza JP, Carvalho RM, et al. Development of a simplified etch-and-rinse adhesive containing niobiophosphate bioactive glass. *Int J Adhes. Adhes.* 2016; 69:110–4.
45. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955; 34: 849–53.
46. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Sci.* 1982; 16: 265–73.
47. Jones JR. Reprint of: review of bioactive glass: from Hench to hybrids. *Acta Biomater.* 2015; 23 Suppl: S53–82.
48. Kaur G, Pandey OP, Singh K, Homa D, Scott B, Pickrell G. A review of bioactive glasses: their structure, properties, fabrication and apatite formation. *J Biomed Mater Res A.* 2014; 102(1): 254–74.
49. Rosales-Leal JI, Osorio R, Holgado-Terriza JA, Cabrerizo-Vílchez MA, Toledano M. Dentin wetting by four adhesive systems. *Dent Mater.* 2001; 17(6): 526–32.
50. Al-Omari WM, Mitchell CA, Cunningham JL. Surface roughness and wettability of enamel and dentine surfaces prepared with different dental burs. 2001; 28: 645-50.
51. Wege HA, Aguilar JA, Rodríguez-Valverde MÁ, Toledano M, Osorio R, Cabrerizo-Vílchez MÁ. Dynamic contact angle and spreading rate measurements for the characterization of the effect of dentin surface treatments. *J Colloid Interface Sci.* 2003; 263(1): 162–9.
52. Yamaguchi K, Miyazaki M, Takamizawa T, Tsubota K, Rikuta A. Influence of crosshead speed on micro-tensile bond strength of two-step adhesive systems. *Dent Mater.* 2006; 22(5): 420–5.
53. Arrais CAG, Pontes FM, dos Santos LPS, Leite ER, Giannini M. Degree of conversion of adhesive systems light-cured by LED and halogen light. *Braz Dent J.* 2007;18(1): 54–9.
54. Farge P, Alderete L, Ramos SMM. Dentin wetting by three adhesive systems: influence of etching time, temperature and relative humidity. *J Dent.* 2010; 38(9): 698–706.
55. Hashimoto M, Fujita S, Nagano F, Ohno H, Endo K. Ten-years degradation of resin – dentin bonds. *Eur J Oral Sci.* 2010; 118(4): 404–10.

56. 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(2): 100–21.
57. Roeder L, Pereira PNR, Yamamoto T, Ilie N, Armstrong S, Ferracane J. Spotlight on bond strength testing - unraveling the complexities. *Dent Mater.* 2011; 27(12): 1197–203.
58. Peralta SL, Carvalho PHA, van de Sande FH, Pereira CMP, Piva E, Lund RG. Self-etching dental adhesive containing a natural essential oil: anti-biofouling performance and mechanical properties. *Biofouling.* 2013; 29(4): 345–55.
59. Alves FB, Lenzi TL, Reis A, Loguercio AD, Carvalho TS, Raggio DP. Bonding of simplified adhesive systems to caries-affected dentin of primary teeth. *J Adhes Dent.* 2013; 15(5): 439–45.
60. Loguercio A, Luque-Martinez I, Muñoz M, Szesz A, Cuadros-Sánchez J, Reis A. A Comprehensive laboratory screening of three-step etch-and-rinse adhesives. *Oper Dent.* 2014; 39(6): 652–62.
61. Wang Z, Shen Y, Haapasalo M, Wang J, Jiang T, Wang Y, et al. Polycarboxylated microfillers incorporated into light-curable resin-based dental adhesives evoke remineralization at the mineral-depleted dentin. *J Biomater Sci Polym Ed.* 2014; 25(7): 679–97.
62. Profeta AC. Preparation and properties of calcium-silicate filled resins for dental restoration. Part II: micro-mechanical behaviour to primed mineral-depleted dentine. *Acta Odontol Scand.* 2014; 72(8): 607–17.
63. Sezinando A. Looking for the ideal adhesive - A review. *Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac.* 2014; 55(4): 194–206.
64. Vale M, Afonso F, Borges B, Freitas A, Farias-Neto A, Almeida E, et al. Preheating impact on the degree of conversion and water sorption/solubility of selected single-bottle adhesive systems. *Oper Dent.* 2014; 39(6): 637–43.
65. Yazdi F, Moosavi H, Atai M, Zeynali M. Dentin bond strength and degree of conversion evaluation of experimental self-etch adhesive systems. *J Clin Exp Dent.* 2015; 7(2): e243–9.
66. Firoozmand LM, Noleto LEC, Gomes IA, Bauer JR de O, Ferreira MC. Effect of fluoride and simplified adhesive systems on the bond strength of primary molars and incisors. *Braz Dent J.* 2015; 26(4): 368–72.

67. Khvostenko D, Hilton TJ, Ferracane JL, Mitchell JC, Kruzic JJ. Bioactive glass fillers reduce bacterial penetration into marginal gaps for composite restorations. *Dent Mater.* 2016; 32(1): 73-81.
68. Manfroi FB, Marcondes ML, Somacal DC, Borges GA, Júnior LHB, Spohr AM. Bond strength of a novel one bottle multi-mode adhesive to human dentin after six months of storage. *Open Dent J.* 2016; 10(1): 268–77.
69. Besinis A, Van Noort R, Martin N. The use of acetone to enhance the infiltration of HA nanoparticles into a demineralized dentin collagen matrix. *Dent Mater.* 2016; 32(3): 385–93.
70. Almeida GS, Da Silva EM, Guimarães JGA, Da Silva RNL, Dos Santos GB, Poskus LT. ZnCl₂ Incorporated into experimental adhesives: selected physicochemical properties and resin-dentin bonding stability. *Biomed Res Int.* 2017; 2017: 5940479.
71. Freitas PH, Giannini M, França R, Correr AB, Correr-Sobrinho L, Consani S. Correlation between bond strength and nanomechanical properties of adhesive interface. *Clin Oral Investig.* 2017; 21(4): 1055–62.
72. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017; 33(2): 133–43.
73. He Z, Chen L, Shimada Y, Tagami J, Ruan S. Evaluation of sub-surface penetration and bonding durability of self-etching primer systems to Er:YAG laser treated cervical dentin. *Dent Mater J.* 2017; 36(2): 174–81.
74. Souza MT, Campanini LA, Chinaglia CR, Peitl O, Zanotto ED, Souza CWO. Broad-spectrum bactericidal activity of a new bioactive grafting material (F18) against clinically important bacterial strains. *Int J Antimicrob Agents.* 2017; 50(6): 730–3.
75. Carneiro KK, Araujo TP, Carvalho EM, Meier MM, Tanaka A, Carvalho CN, et al. Bioactivity and properties of an adhesive system functionalized with an experimental niobium-based glass. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2018; 78: 188–95.

76. de Moraes RC, Silveira RE, Chinelatti M, Geraldeli S, de Carvalho Panzeri Pires-De-Souza F. Bond strength of adhesive systems to sound and demineralized dentin treated with bioactive glass ceramic suspension. *Clin Oral Investig*. 2018; 22(5): 1923–31.
77. Wang J, Yu Q, Yang Z. Effect of hydrophobic surface treated fumed silica fillers on a one-bottle etch and rinse model dental adhesive. *J Mater Sci Mater Med*. 2018; 29(1): 10.
78. Nekoofar MH, Motevasselian F, Mirzaei M, Yassini E, Pouyanfar H, Dummer PM. The micro-Shear bond strength of various resinous restorative materials to aged biodentine. *Iran Endod J*. 2018; 13(3): 356–61.
79. Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002; 18(5): 380-8.

ANEXO A



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
"JÚLIO DE MESQUITA FILHO"
Câmpus de Araraquara

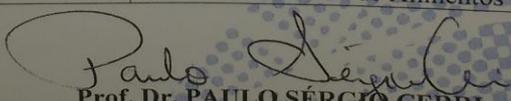


FACULDADE DE ODONTOLOGIA

CERTIFICADO

Certificamos que a proposta intitulada ***"INFLUÊNCIA DA INCORPORAÇÃO DE VIDRO BIOATIVO EM DIFERENTES PROPRIEDADES DE SISTEMAS ADESIVOS"***, registrada com o nº 30/2017, sob a responsabilidade do(a) **Prof(a). Dr(a). Alessandra Nara Souza Rastelli** – que envolve a produção, manutenção ou utilização de animais pertencentes ao filo Chordata, subfilo Vertebrata (exceto humanos), para fins de pesquisa científica – encontra-se de acordo com os preceitos da Lei nº 11.794, de 8 de outubro de 2008, do Decreto nº 6.899, de 15 de julho de 2009, e com as normas editadas pelo Conselho Nacional de Controle da Experimentação Animal (CONCEA), e foi aprovado pela **COMISSÃO DE ÉTICA NO USO DE ANIMAIS (CEUA) DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA** em reunião de 13/09/2017.

Finalidade	<input type="checkbox"/> Ensino <input checked="" type="checkbox"/> Pesquisa Científica
Vigência da autorização	Março/2019
Espécie/linhagem/raça	Gado Nelore
Nº de animais	386 dentes
Peso/Idade	250 Kg/ 03 anos
Sexo	-
Origem	Mondelli Indústria de Alimentos S/A.


Prof. Dr. PAULO SÉRGIO CERRI
Vice-Coordenador da CEUA

Não autorizo a reprodução desse trabalho até dia 28 de Fevereiro de 2021.

(Direitos de publicação reservado ao autor)

Araraquara, 28 de fevereiro de 2019

Joatan Lucas de Sousa Gomes Costa