

Sociedade Paulista de Ortodontia

Ivete Kaori Nakamune

Principais fatores que influenciam a resistência adesiva e
longevidade dos sistemas adesivos no esmalte e dentina

São Paulo

2019

Ivete Kaori Nakamune

**Principais fatores que influenciam a resistência adesiva e
longevidade dos sistemas adesivos no esmalte e dentina**

Monografia apresentada ao Programa
de pós- graduação em Odontologia da
SociedadePaulista de Ortodontia - SPO,
como requisito parcial a obtenção do título
de especialista em Dentística Restauradora.

OrientadorAlexandre Vieira

São Paulo

2019

Ficha Catalográfica

Monografia Intitulada principais fatores que influenciam a longevidade e estabilidade dos sistemas adesivos no esmalte e dentina de autoria da aluna Ivete Kaori Nakamune

Aprovado em __/ __/ __ pela bancada constituída dos seguintes professores:

Prof(a). Dr(a)

Prof(a). Dr(a)

Prof(a). Dr(a)

São Paulo, 15 de janeiro de 2019

Sociedade Paulista de Ortodontia – SPO

Rua Tumiaru, 227 -04005-005 –São Paulo

Telefone (11) 3884-3113

Dedicatória

Dedico este trabalho aos meus pais, Yukio (in memorian) e Akie, as minhas irmãs Márcia, Sanae e Mary (in memorian) e principalmente ao meu noivo Paulo Pagotto, que me acompanharam pacientemente nas horas difíceis e me incentivaram a lutar pelos meus sonhos.

Agradecimentos

Agradeço a todos que de alguma forma, colaboraram para a realização deste trabalho.

Fica aqui meu agradecimento especial ao professor José Carlos Garófalo, professor Alexandre Vieira e a professora Ivany Kabbach pelo apoio e orientação no decorrer de todo esse trabalho.

Epígrafe

“A morte não é a maior perda da vida. A maior perda da vida é o que morre
dentro de nós enquanto vivemos”

Dalai Lama

Resumo

Os procedimentos adesivos estão presentes em grande parte dos procedimentos restauradores, podendo ser utilizados em restaurações diretas, indiretas, na aplicação de selantes, na fixação de bráquetes ortodônticos, na cimentação de pinos intra-radiculares, na cimentação adesiva, na esplintagem de dentes periodontalmente comprometidos. A evolução das técnicas e materiais poliméricos permitem o restabelecimento da estética e função aos tecidos dentais debilitados por cárie, fratura, alteração de cor, mal-formações ou mal posicionamento. A função primordial dos sistemas adesivos é manter unidos dois materiais de natureza igual ou distinta, aderindo à superfície de contato de cada um. O conhecimento dos fatores e do mecanismo de ação que afetam a adesão é de fundamental importância para o que o Cirurgião-dentista obtenha o melhor desempenho para o uso rotineiro na clínica.

Palavras chaves: adesão dentinária, condicionamento total, autocondicionante, monômeros funcionais, fotopolimerização, clareamento dental

ABSTRACT

Adhesive procedures are present in most restorative procedures, and can be used in direct or indirect restorations, in the application of sealants, in the fixation of orthodontic brackets, in the cementation of intra-radicular pins, in adhesive cementation, in the splint of periodontally compromised teeth. The evolution of polymeric techniques and materials allows restoration of aesthetics and function to dental tissues weakened by decay, fracture, alteration of color, malformations or poor positioning. The primary function of adhesive systems is to hold together two materials of the same or different nature, adhering to the contact surface of each. Knowledge of the factors and mechanisms of action affecting adhesion is of fundamental importance in order for the dentist to obtain the best performance for routine use in the clinic.

Key words: dentin adhesion, total conditioning, autoconditioning, functional monomers, photopolymerization, tooth whitening

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO
2	PROPOSIÇÃO
3	REVISÃO DE LITERATURA
4	DISCUSSÃO
4.1	Isolamento absoluto.....
4.2	Condicionamento.....
4.3	Condicionamento Total Etch e Self Etch
4.4	Condicionamento Seletivo de Esmalte
4.5	Self Etch de 1 ou 2 Etapas
4.6	pH, Nanoinfiltração e Metaloproteinases
4.7	Umidade e solvente
4.8	Modo de aplicação do adesivo
4.9	Monômeros funcionais
4.10	Secagem
4.11	Polimerização
4.12	Clareamento
5	CONCLUSÃO
6	REFERÊNCIAS

Introdução

Para a longevidade dos procedimentos restauradores é necessário uma união efetiva entre materiais restauradores e estruturas dentárias.

Buonocore et al, em 1955 baseando-se em conceitos utilizados na indústria, criou uma concepção de adesão da resina acrílica ao esmalte dental.

Os procedimentos adesivos são utilizados em aplicações diversas, como restaurações indiretas e diretas, aplicação de selantes, na fixação de braquetes ortodônticos, na cimentação de pinos intra-radulares, na esplintagem de dentes com problemas periodontais e têm sido recentemente indicados para obturação de canais radiculares.

A principal desvantagem no uso das resinas compostas é a contração durante a polimerização, ocasionando fendas entre o material restaurador e a estrutura dental. A falta de adesão pode incorrer em diversos problemas como a infiltração marginal, sensibilidade pós-operatória, longevidade da restauração, cárie secundária, patologia pulpar, entre outros.

A adesão na dentina é mais difícil que no esmalte devido à sua composição orgânica e umidade contida nos túbulos dentinários. No mecanismo de adesão à dentina. A retenção micro-mecânica é considerada fator importante, quando os monômeros hidrófilos que compõem os adesivos dentinários encapsulam as fibras colágenas expostas, formando uma estrutura híbrida com fibras envolvidas por resinas e cristais de hidroxiapatita.

Muitos sistemas adesivos foram desenvolvidos, procurando proporcionar uma adesão na dentina, sendo que a presença da smearlayer e a composição da dentina dificultavam essa adesão. Os sistemas adesivos foram desenvolvidos a partir de diferentes tratamentos da superfície de dentina que consistem na remoção total da smearlayer por um ácido e aplicação de primer que se impregna ao substrato, facilitando a interligação do adesivo à dentina; e na remoção parcial da smearlayer por um primer acidificado ou autocondicionante que desmineraliza a

dentina e se mistura com a smearlayer remanescente promovendo a adesão ao substrato dentinário.

Nos sistemas adesivos acidificados ou autocondicionantes, a parte ácida do primer dissolve a smearlayer incorporando-a à mistura com desmineralização da dentina e o encapsulamento das fibras de colágeno e cristais de hidroxiapatita. O primer nesses casos é indicado como substituto para o condicionamento ácido convencional de esmalte e dentina, além de impregnar a dentina com uma substância(primer) hidrófila pronta para receber a resina adesiva. Igualmente aos sistemas com condicionamento ácido prévio ocorre a formação de uma camada híbrida entre o colágeno exposto da dentina mineralizada e os monômeros.

Existem diversas classificações para os sistemas adesivos. Eles podem ser classificados por gerações (1ª, 2ª, 3ª entre outras; de acordo com o tipo de solvente (a base de água, álcool ou acetona); presença ou ausência de carga inorgânica, tipo de ativação (química, física ou dual); modo de ação (condicionamento prévio ou autocondicionamento); número de passos de aplicação (um, dois ou três), número de frascos (frasco único ou dois frascos). Existe atualmente uma classificação baseada na estratégia de ação: condicionamento ácido prévio (Total Etch) e autocondicionamento (Self Etch).

É imprescindível que o profissional tenha conhecimento das propriedades químicas e físicas, das características, bem como da associação desses materiais com as estruturas dentárias para uso rotineiro na clínica.

Proposição

O objetivo deste trabalho é identificar os fatores que influenciam na resistência adesiva e na longevidade dos sistemas adesivos por meio de uma revisão de literatura.

Revisão de Literatura

(Buonocore, 1955) desenvolveram estudo a partir de observações industriais, que promoveram alteração da superfície do dente por tratamento químico para produzir uma nova superfície de adesão à qual os materiais presentes aderissem. O primeiro método foi um estudo in vitro, utilizando dentes humanos extraídos que foram divididos em três grupos:

- 1) aplicação na superfície de esmalte de fosfomolibdato 50% em conjunto com uma solução de ácido oxálico 10%.
- 2) aplicação na superfície de esmalte de ácido fosfórico a 85%.
- 3) dentes sem tratamento

Foram aplicadas as soluções nas superfícies dos dentes e após o tratamento, gotas de acrílico foram aplicadas na superfície do esmalte. Uma comparação qualitativa da adesão foi obtida testando-se periodicamente a remoção por pressão das gotas de acrílicos dos dentes tratados e não tratados. Obteve-se evidência positiva de adesão aumentada nas superfícies tratadas.

Um novo estudo foi realizado num estudo in-vivo, utilizando-se superfície de esmalte de voluntários. Os dentes foram limpos, polidos e lavados. Foram divididos em três grupos:

- 1) Aplicação de gota de reagente de molibdato, dentes foram lavados e secados e após foram aplicado uma solução de ácido oxálico 10% até a formação de um precipitado. Uma gota de resina acrílica foi aplicada.
- 2) Aplicação de ácido fosfórico 85% por 30 segundos, dentes lavados e secados e após uma gota de acrílico foi aplicada.
- 3) Dentes de controle : foram utilizados água ao invés de ácido.

Os resultados mostraram que todos os acrílicos dos dentes sem tratamento diminuíram a adesão e os dentes tratados tiveram uma adesão aumentada. A adesão do grupo do ácido fosfórico foi maior que no grupo de reagente de molibdato com ácido oxálico 10%.

Conclui-se neste estudo a importância do condicionamento ácido para criar uma superfície maior de retenções mecânicas.

(Nakabayashi, Kojima, & Masuhara, 1982) estudou a infiltração de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos na dentina e esmalte pré-condicionada. Neste estudo in vitro, esmalte e dentina bovinos e humanos foram triturados. Essa amostra foi recoberta com um orifício para criar uma superfície de aderência e depois foi condicionada com dois tipos de agentes :

1. ácido cítrico 1% + Cloreto férrico 1%
2. Ácido cítrico 10% + Cloreto férrico 1%

Após, dois adesivos foram utilizados: o MMA e o 4-Meta de acordo com instruções do fabricante e polimerizados. Após foram submetidos a testes de microtração. Outro grupo foi submetido a teste de termociclagem para verificar a presença de percolação e estabilidade do adesivo. Um terceiro grupo foi submerso em HCN para promover a descalcificação da dentina. Todos os grupos foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura.

Monomer	Adhesive Strength to Dentine (MPa)			
	Human		Bovine	
	Etchant ^a 1:1	10:3	1:1	10:3
MMA	10.9 + 4.3 ^b (ref. 7) ^c		10.7 + 1.7 (ref. 5)	12.1 + 4.4 (ref. 3)
5% 4-META in MMA	13.4 + 2.2 (ref. 6)	17.5 + 5.3 (ref. 5)	16.3 + 0.2 (ref. 3)	18.1 + 3.2 (ref. 4)
5% 4-META in MMA (after percolation)		13.9 + 4.4 (ref. 3)		15.1 + 5.3 (ref. 5)

^a ±, standard deviation.
^b Etchant: 1:1, 1% citric acid-1% ferric chloride; 10:3; 10% citric acid-3% ferric chloride.
^c The numbers of specimens measured are in parentheses.

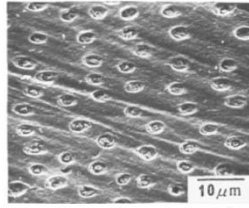


Figure 1. SEM picture of a ground human dentine surface etched with 1% citric acid-1% ferric chloride (X2000).

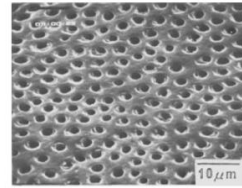


Figure 2. SEM picture of a ground human dentine surface etched with 10% citric acid-3% ferric chloride (X2000).

INFILTRATION OF MONOMERS INTO TOOTH SUBSTRATES

269

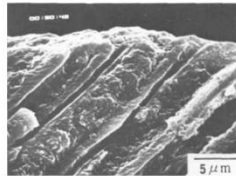


Figure 3. A surface fractured parallel to the tubules of human dentine (X4000).

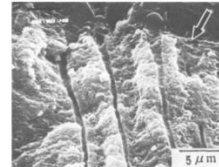


Figure 4. SEM picture of a fracture surface orthogonal to the joint surface (X4000). The joint surface is at the top of the photograph (arrow).

270

NAKABAYASHI, KOJIMA, AND MASUHARA

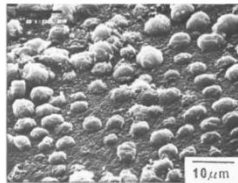


Figure 5. SEM picture of a tensile fracture surface of the joint on the dentine side (X2000).

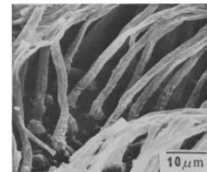


Figure 6. SEM picture of cured 4-META resin in tubules after removal of human dentine by decalcification (X2000).

Os resultados mostraram que o Ácido cítrico a 1% mostrou um padrão de condicionamento menos eficaz que o Ácido cítrico a 10%. Os testes de microtração mostraram uma resistência adesiva ligeiramente superior nos espécimes condicionados com ácido cítrico a 10%.

A análise no MEV mostrou túbulos vazios e túbulos preenchidos e dentina intra e intertubular com infiltrado de monômeros. A entrada dos túbulos foi ligeiramente aumentada pelo ataque químico. Fendas em formas de cogumelo são vistas nos topos dos túbulos presumivelmente pela contração de polimerização, sugerindo que o monômero tem forte afinidade pela dentina intertubular. Os Monômeros 4 –Meta (18Mpa) teve desempenho superior ao monômero MMA (4Mpa).

Conclui-se que os monômeros com grupos hidrofóbicos e hidrofílicos promovem adesão por infiltração nos substratos dentários e posterior polimerização.

(Fares, Coutinho, Couto, Couto-júnior, & Nagem-filho, n.d.) e al, 2004 em artigo de revisão de literatura avaliou a influência de variáveis que afetam a infiltração marginal. De acordo com o autor, a modulação da velocidade da reação de polimerização prolongaria a fase pré-gel da resina fornecendo condição para escoamento do material e para um alívio das tensões geradas nesse processo. Para que ocorra a fotoativação, existe um comprimento de onda ideal para que a canforoquinona seja ativada, que corresponde a cerca de 470 nm. A fonte deve ficar o mais próximo possível da superfície de resina a fim de proporcionar uma polimerização mais adequada. Camadas superficiais mais próximas da fonte de luz polimerizam-se mais eficazmente do que camadas mais profundas no interior do material.

Ainda de acordo com o autor, a técnica incremental de resina composta de espessura de 2mm é extremamente importante pois permite que haja uma menor contração de polimerização com menor geração de tensões, permitindo uma passagem adequada de luz.

A conformação cavitária é de grande influência na minimização das tensões causadas pela contração de polimerização. As tensões de contração são tanto menores quanto menor for o fator de configuração cavitária (fator-C) e seu grau eleva-se consideravelmente em cavidade com fator C superior a 3.

Conclui-se que as infiltrações marginais sofrem influências da configuração cavitária, da técnica restauradora e da técnica de polimerização.

(Reis, André Figueiredo, Pereira P.N.R., Gianinni, 2007) em artigo de revisão de literatura , relatou que o esmalte dentário possui 88% de matéria orgânica e adesão à dentina é mais crítica pois possui 50% de matérias inorgânicas, 30% de matéria orgânica e 20% de fluídos. A dentina superficial possui 20.000 túbulos mm² e a dentina profunda possui 45.000 túbulos mm² e esses valores são inversamente proporcionais à resistência de união, já que a adesão depende da retenção mecânica produzida pela infiltração e polimerização dos monômeros resinosos. Ainda de acordo com o autor, existem técnicas de adesão como o condicionamento ácido do esmalte e da dentina antes da aplicação do adesivo e existe a técnica que se baseia na

aplicação dos monômeros ácidos. A composição monomérica dos adesivos é determinante no desempenho da união. Monômeros funcionais como o HEMA permitem uma maior infiltração de monômeros no substrato, devido a sua natureza hidrófila. O monômero funcional MDP presente nos adesivos autocondicionantes desmineraliza o esmalte e dentina e infiltram no tecido simultaneamente.

A redução da resistência de união à dentina é atribuída a hidrólise provocada por excesso de umidade na interface resina-dentina. Com a hidrólise, as fibras colágenas ficam expostas e são degradadas pelas Metaloproteinases. Espaços nanométricos são criados dentro da camada híbrida. Essa nanoinfiltração tem aspecto de árvore e é chamada de árvore-água.

Outro fator que afeta adesão é a configuração cavitária ou Fator-C que é a razão entre as superfícies aderidas e não aderidas de uma restauração de resina composta. O aumento do fator de contração aumenta as tensões transmitidas à interface. Para diminuir esse fator de contração recorre-se à técnica incremental.

(Apolonio et al., 2017), realizaram estudo com o objetivo de investigar os processos enzimáticos que potencialmente contribuem para a degradação da interface adesivo- dentina criadas por um adesivo autocondicionante de um passo. Neste estudo in vitro, 10 terceiros molares humanos extraídos foram utilizados. Foram divididos em dois grupos:

- 1) pó de dentina sem tratamento
- 2) pó de dentina tratado com adesivo AdperEasy Bond (3M)

A atividade enzimática aumentou aproximadamente 15% para MMPs e 37% para MMPs no grupo do tratamento com o adesivo Self-Etch. No grupo controle não foram encontradas atividades enzimáticas. Em outro teste chamado de zimografia, foram utilizados 8 terceiros molares humanos extraídos. Dois grupos distintos foram criados:

- 1) grupo tratado com EDTA (conhecido como inibidor enzimático)

2) grupo tratado com adesivo Self-etchAdperEasy Bond (3M)

Uma mistura de gel fluorescente foi colocada em cima de cada lâmina. A hidrólise que indica atividade enzimática foi avaliada em microscópio. No grupo que foi aplicado a gelatina com adesivo autocondicionante apresentou fluorescência verde, que detecta atividade enzimática. No grupo tratado com EDTA, não foi constatada atividade enzimática. O estudo demonstrou que as atividades enzimáticas de MMPs aumentaram significativamente após a aplicação do adesivo Self-etch, ou seja as MMPs latentes se tornaram ativas em ambientes de pH baixo.

(Bahrololumi, Beglou, Najafi-abrandabadi, & Sadr, 2017) avaliaram a influência do armazenamento de água na resistência à microtensão (μ TS) final e mudanças de massa (MC) de adesivos universais. Em um estudo in-vitro, dois sistemas adesivos Universais foram utilizados e um sistema adesivo simplificado foi usado como controle:

1) ScotchBond Universal Adhesive (SCU), 3M

2) All Bond Universal (ABU), Bisco

3) Adaper Single Bond (SB2), 3M

Depois de intervalos de 24h e 28 dias as amostras foram levemente secadas e pesadas após 1 dia e 28 dias de armazenamento de água. Em outro estudo para avaliar a Microtensão (μ TS), dois subgrupos foram criados : de 24 e de 28 dias (n=10).

Em relação ao teste de mudança de massa (MC), o maior aumento de massa ocorreu no primeiro dia de armazenamento. No 28º dia todos os adesivos apresentaram diminuição de massa em relação ao 1º dia de armazenamento. Em intervalos de tempo de 24h e 28 dias, os valores mais altos de MC foram observados para SB2 seguido de SCU e ABU. A sorção de água do adesivo dentinário é influenciada pela composição química de seus monômeros que possui natureza hidrofílica. A concentração de bis-GMA que é um monômero formado de polietileno densamente reticulado, confere uma natureza hidrofóbica, que impede uma absorção substancial de água. Um

outromonômero na composição é o 10-MDP. Este monômero é responsável pela ligação química à hidroxiapatita e a capacidade de adesão do adesivo. O melhor resultado do SCU em relação ao SB2 se deve à maior concentração de bis-GMA. O SB2 ainda apresenta maior teor de etanol, que aumenta a capacidade da resina em absorver água. Todos os três adesivos contêm quantidades parecidas de HEMA, que se comporta como monômero hidrofílico e a sorção de água desse monômero é controversa. O melhor resultado do ABU em relação ao SCU se deve ao copolímero ácido polialcenoico que é um componente dos adesivos da 3M que provoca sorção de água do adesivo devido seu grau reduzido de conversão. A SCU e ABU possuem um pH relativamente elevado, supõe-se que possuam baixa polaridade, o que explica sua baixa MC. Quando armazenado em água, o polímero adesivo absorve água e resulta em inchaço na rede, degradação da matriz polimérica através da formação de nanoporos. A diluição na água dos monômeros ao longo do tempo também pode explicar a redução da MC. Altas quantidades de HEMA na formulação, devido ao seu baixo peso molecular e elevada solubilidade, também pode se associar a esse fenômeno.

No teste de uTS a SCU mostrou maior quantidade de uTS em ambos intervalos de tempo de armazenamento de água, seguido por ABU e SB2. Após os 28 dias de armazenamento de água os valores de uTS entre ABU e SCU não foram significantes e entre ABU e SB2 e SCU e SB2 foram significantes. Os valores de uTS após 28 dias aumentaram para o SCU e ABU. Esses resultados são compatíveis com o teste anterior. Concluiu-se que MC e uTS dos adesivos são dependentes do tempo quando armazenados em água.

(A Tsujimoto et al., 2017) investigaram as características interfaciais e a durabilidade de adesão de adesivos universais a vários substratos. Em um estudo in vitro dois adesivos universais foram utilizados:

- 1) ScotchBond Universal (SU), da 3M
- 2) G-Premio Bond (GB), da GC

Os substratos para a colagem com adesivos universais foram:

- 1) Esmalte bovino e dentina
- 2) Resina composta
- 3) Cerâmicas
- 4) Cerâmica de vidro reforçada com leucita
- 5) Zircônia
- 6) Ligas metálicas

O composto de resina foi ligado aos vários substratos para determinar a resistência à ligação por cisalhamento após 24h de armazenamento de água e 10.000 ciclos térmicos. Para o teste de cisalhamento foi utilizado o teste de cisalhamento que avaliou resultado por meio de um microscópio óptico. Os resultados sugerem que as características interfaciais das superfícies não tratadas dos vários substratos mostram diferenças significativas dependendo do tipo de substrato, mas que interfaces de substratos tratadas por adesivos após irradiação de luz não apresentam diferenças significativas independente do substrato utilizado. As características interfaciais dos substratos tratados por adesivos universais após irradiação de luz foram mais próximas das resinas compostas do que os vários substratos. A durabilidade de ligação de adesivos universais a vários substratos difere dependendo do tipo de substrato e do adesivo utilizado e é particularmente variável com cerâmicas de vidro, zircônia e ligas metálicas. A diferença na durabilidade da ligação foi fortemente influenciada pelo potencial de ligação química entre os substratos e os adesivos universais.

(Coelho, Canta, Martins, Oliveira, & Marques, 2012), em uma revisão de literatura relataram o conceito de adesão ao esmalte e dentina. De acordo com o autor, os sistemas adesivos podem ser classificados em:

- 1) forma de tratamento da smearlayer, que consiste numa camada amorfa e não estruturada originada pela instrumentação dos tecidos dentinários e composta de resíduos de dentina, bactérias e constituintes salivares: removendo totalmente com condicionamento ácido seguido de

lavagem (adesivos de condicionamento total ou sistemas etch&rinse) ou incorporando-a na adesão (adesivos autocondicionantes ou sistemas self-etch).

2) número de passos clínicos: sistemas total etch de 2 e 3 passos ou sistemas self etch de 1 e 2 passos.

3) por geração: esta classificação necessita de atualização constante. A 1ª geração de adesivos amelodentinários uniu a dentina ao esmalte por quelação com o cálcio. As suas limitações foram as dificuldades inerentes à manipulação clínica, instabilidade de composição por hidrólise intra-oral e baixas forças adesivas para resistir a alta contração de polimerização e ao elevado coeficiente de expansão térmica das resinas acrílicas restauradoras utilizadas nesse período.

Nos adesivos de 2ª geração a principal modificação foi a introdução de resinas sem carga derivadas do metacrilato como o Bis-GMA e o Hema . Essa geração requeria a presença de smearlayer e não resistia à hidrólise intraoral, possuindo baixa resistência adesiva.

Nos adesivos de 3ª geração foram realizados condicionamentos ácidos na dentina com o objetivo de remover a smearlayer. Os condicionantes incluíam agentes quelantes como o Hema ou ácidos fracos em baixas concentrações com o objetivo de abrir os túbulos dentinários e aumentar a permeabilidade da smearlayer. O segundo passo era a aplicação do primer que possuía grupos hidrofílicos com afinidade por fibras colágenas e por outros grupos hidrófobos que se ligavam quimicamente à resina adesiva. O terceiro passo era a aplicação do agente adesivo. No entanto, a adesão continuou fraca necessitando de um condicionamento ácido mais forte.

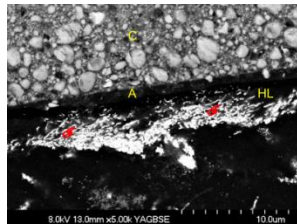
Nos adesivos de 4ª geração a aplicação do ácido fosfórico no esmalte e dentina foi preconizada com o objetivo de remover a smearlayer e expor a malha de colágeno. O procedimento necessita de 3 passos: condicionamento total do esmalte e dentina, aplicação de primer e bond.

Os adesivos de 5ª geração surgiram com o objetivo de simplificar e reduzir o número de passos clínicos, o tempo de trabalho e minimizar erros técnicos. Esses sistemas foram classificados em duas categorias: adesivos de um frasco (total etch) e adesivos autocondicionantes (self-etch). Esses adesivos passaram a reunir o primer e a resina adesiva em um único frasco. Ambos preconizam a adesão à dentina úmida para a formação da camada híbrida com base no pressuposto que fibras colágenas demasiado secas podem colapsar, inibindo a impregnação do primer. Esses adesivos potencializaram erros clínicos como o condicionamento excessivo da dentina, capaz de induzir uma desmineralização profunda e inacessível à completa penetração pela resina, o que pode levar à sensibilidade pós-operatória e favorecer a permanência de uma zona porosa suscetível a sofrer microinfiltração.

Adesivos de 6ª e 7ª geração são adesivos autocondicionantes que trouxeram um conceito inovador que foi a junção na mesma etapa do condicionamento ácido e do primer. Esses adesivos acidificados hidrofílicos possuem também uma grande quantidade de água como solvente. Possuem ainda Hema que é um monômero solúvel em água, de baixo peso molecular e com propriedades hidrofílicas e polares. Sua incorporação diminui a viscosidade e aumenta a capacidade de impregnação ao adesivo na superfície ao mesmo tempo que estabilizam as fibras de colágeno e evita o seu colapso, aumentando a permeabilidade dentinária e a difusão de monômeros adesivos. Contudo, o Hema possui apenas um grupo polimerizável e atrai mais água, tornando-se vulnerável à hidrólise.

Os sistemas adesivos de quarta geração asseguram a adesão ao esmalte mais estável, representando o gold standard, resultado de um padrão de condicionamento muito retentivo acompanhado por boa hibridização da dentina. Os adesivos de um frasco de quinta geração apresentam taxas de insucesso maiores em relação à geração anterior pela maior infiltração e menor hibridização. Já os sistemas autocondicionantes de dois passos apresentam resultado semelhante aos de 4ª geração.

Perdigão et al, 2013, em artigo de revisão de literatura, examinou os mecanismos de envelhecimento envolvidos na degradação das interfaces ligadas à resina. De acordo com o autor, vários fatores contribuem para a degradação dos adesivos dentinários, como a natureza hidrofílica de alguns monômeros usados na composição dos adesivos, a concentração de água necessária para a ionização dos monômeros ácidos dos adesivos autocondicionantes, a técnica úmida, o líquido que permeia nos túbulos dentinários. Embora a água seja essencial na fase inicial da infiltração da resina, sua presença nos espaços interfibrilares pode causar a hidrólise da matriz de resina e da matriz de colágeno, causando uma separação de fases na interface resina-dentina. Nos adesivos total etch existe um gradiente decrescente de impregnação de monômeros de fibras colágenas em profundidade, o que resulta em área de colágeno não infiltrada na parte inferior da camada híbrida, havendo uma degradação hidrolítica da interface adesiva e degradação proteolítica do colágeno.



Micrografia de microscopia eletrônica de varredura (MEV) (modo de retroespalhamento) da interface resina-dentina formada com um adesivo de dois estágios aplicado na dentina úmida. C = resina composta, A = adesivo; HL = camada híbrida; Ponteiro = o padrão reticular corresponde às fibras colágenas na camada híbrida envolta por nitrato de prata.

Nos adesivos autocondicionantes, ocorre a desmineralização simultânea e infiltração do substrato dentinários. Os adesivos autocondicionantes são altamente hidrofílicos, o que pode aumentar o potencial de degradação. As propriedades mecânicas dos adesivos autocondicionantes de uma etapa diminuem significativamente com a presença de água, porque se comportam como membranas semipermeáveis à sorção de água, o que não ocorre com adesivos autocondicionantes de 2 etapas, pois a camada hidrofóbica tende a tornar esses adesivos impermeáveis, aumentando a sua longevidade.

O fluxo de água é responsável por um padrão de canais cheios de água, dentro da camada adesiva, conhecido como árvores-água.

Outro fator que leva à degradação da interface adesiva são as ativações de proteases endógenas que possuem enzimas que degradam o colágeno conhecidas como metaloproteinases (MMPs), que são expostas e ativadas por agentes ácidos durante procedimentos adesivos. Se essas MMPs não forem totalmente infiltradas com resina, elas podem degradar lentamente as fibras colágenas, diminuindo a interface da resistência adesiva.

(Garcia & et al., 2011), avaliaram a resistência de união de sistemas restauradores contemporâneos em esmalte e dentina. Foram utilizados, em um estudo in vitro, 60 incisivos bovinos extraídos. Foram utilizados 3 grupos (n=10):

Nome, sigla e pH	Fabricante
Sistema adesivo autocondicionante de dois passos clínicos – Adper SE Plus (SE) – controle, pH 1,0	3MEspe
Sistema adesivo autocondicionante de dois passos clínicos – P90 System Adhesive (SA) – pH 2,7	3MEspe
Sistema adesivo autocondicionante de um passo (all-in-one) – BeautiBond (BB) – pH 2,4	Shofu
Compósito restaurador Filtek Z350 – A3 – base de metacrilatos (Z350) – controle	3MEspe
Compósito restaurador Filtek P90 – A3 – base de siloranos (P90)	3MEspe
Compósito restaurador Beautifil II – A3 – com partículas de fluoretos (BII)	Shofu

O carregamento de compressão que resultou em cisalhamento foi realizado na base dos cilindros com um cinzel acoplado até o rompimento da união e os resultados foram expressos em MPa. Não houve diferenças

estatísticas entre os materiais aplicados em esmalte. Em dentina, o SE+Z350 resultou em maior média de resistência de união (RU) e o BB+BII teve a menor média. Comparando os substratos, o SE+Z350 mostrou a maior média de RU para a dentina, com diferenças estatísticas para o esmalte. O AS+P90 não apresentou diferença expressiva nos substratos examinados. Para o BB+BII aplicado no esmalte, o resultado de RU evidenciou a maior média com diferença quanto ao substrato de dentina.

Conclui-se que, em termos de RU, os sistemas restauradores mostraram desempenho similar em esmalte e diferente em dentina. Somente o material à base de silorano apresentou desempenho parecido em ambos os substratos.

(Reis, Loguercio, Carvalho, & Grande, 2004) estudaram os efeitos de diferentes graus de umidade superficial na durabilidade das resistências de união (RU) de três sistemas adesivos. Neste estudo in vitro, 45 molares humanos extraídos, sem cárie, foram utilizados. Três sistemas adesivos foram utilizados:

- 1) Single Bond (SB, 3M ESPE), solvente à base etanol e água
- 2) OneStep(OS), solvente à base de acetona
- 3) Syntac Single Component (SC), solvente à base de água.

Os adesivos foram aplicados nas superfícies secas e nas superfícies reumidificadas durante 10s com diferentes quantidades de água destilada (2,5ml e 4ml). A fotopolimerização foi efetuada. Um incremento de 1mm de resina Z250, 3M ESPE foi aplicada em cada superfície e polimerizada. Após foram seccionadas e armazenadas por até 6 meses em água destilada. Em cada período de armazenamento as amostras foram ligadas a um dispositivo de microtração.

SB e SC atingiram a maior RU a 0ml e 2,5 ml de água e a RU da OS foi maior em 4 ml de água. Em condições extremas de umidade (0 ml e 4 ml) foi observada uma redução significativa da RU, quando o grau de umidade foi ajustado para 2,5 ml. Os resultados confirmaram que os sistemas adesivos

requerem uma dentina úmida para colagem, porém a quantidade necessária para maximizar a RU foi diferente entre os materiais. Enquanto o sistema adesivo à base de acetona (OS) requeria uma superfície mais úmida (2,5ml a 4 ml), os sistemas à base de água atingiram uma BS mais elevada numa superfície mais seca (0 ml a 2,5 ml. Contudo quando a dentina foi reumedecida com 4ml de água, recuperou gradualmente a RU máxima. Por outro lado, sistemas à base de água possuem capacidade de autoexpansão. Quando a superfície da dentina seca foi molhada com 4 ml de água, a RU diminuiu significativamente para os sistemas à base de água (SB e SC). O estudo indicou que o excesso de água é mais prejudicial para os sistemas à base de água do que para os sistemas à base de acetona.

(Relevance, 2016) compararam o efeito de diferentes tempos de aplicação de adesivos sobre a união resina-esmalte, o grau de conversão e o padrão de condicionamento de 3 sistemas adesivos. Neste trabalho in vitro, foram utilizados 63 molares humanos extraídos e isentos de cárie. Os adesivos utilizados foram:

- 1) Clearfill Universal, Kuraray
- 2) Fututabond U, Vocco
- 3) ScotchBond Universal, 3M ESPE

Os adesivos foram aplicados:

1) Modo ER: gel de ácido fosfórico aplicado e secado, aplicação de adesivo e polimerizado

2) Modo SE por 20s : o adesivo foi aplicado ativamente no esmalte por 20 s sem a corrosão por ácido fosfórico e polimerizado

3) Modo SE por 40s: o adesivo foi aplicado ativamente no esmalte por 40s sem a corrosão por ácido fosfórico e polimerizado.

Tubos transparentes de polietileno com o mesmo diâmetro interno das perfurações foram adaptados nas mesmas, contendo em seu interior resina

Filtek Z350, 3M ESPE e polimerizada por luz 1200mW/cm². Os espécimes foram acoplados a um dispositivo de teste de cisalhamento até o rompimento e após os espécimes foram analisados em um microscópio óptico. O modo SE com um tempo de aplicação de 40s produziu valores de resistência de união que foram estatisticamente superiores aos obtidos nos modos SE por 20s. Para Futurabond U e ScotchBond Universal, os modos SE por 40s foram estatisticamente semelhantes aos adesivos ER. Para o Clearfill Universal, a aplicação no modo SE por 40s produziu interfaces adesivas com valores de resistência de união mais elevados do que obtido no modo ER.

Para todos os adesivos, sua aplicação no modo SE por 40s produziu um grau de conversão estatisticamente maior do que obtido no modo SE por 20s e no ER houve menor grau de conversão, com exceção do ScotchBond Universal, em que o grau de conversão no modo SE por 20s foi similar ao modo ER. Para os outros adesivos, Clearfill Universal e Futurabond U, o grau de conversão no modo SE por 20s foi superior ao grau de conversão medido no protocolo ER.

O modo ER resultou em um padrão de condicionamento mais profundo, principalmente quando comparado ao modo SE por 20s. A aplicação de 40s no modo SE melhorou o padrão de condicionamento, resultando em exposição na periferia dos prismas, com sinais de dissolução de hidroxiapatita. No presente estudo os adesivos possuem pH em torno de 2,5, dessa forma, os adesivos SE aplicados por 20s não condicionam o esmalte tão eficazmente quanto o ácido fosfórico.

O autor concluiu que a aplicação ativa e prolongada de adesivos universais no modo SE pode ser uma alternativa viável para aumentar o grau de conversão, o padrão de condicionamento e a resistência de união resina-esmalte.

(Ying Zhang & Wang, 2013), investigou a influência do modo de aplicação dos adesivos na resistência de união de sistemas autocondicionantes com diferentes pH. Neste estudo, foram utilizados 8 molares humanos, livres de cárie, armazenados em solução salina. Os dentes

foram seccionados e a superfície de dentina preparada foi tratada com dois tipos de adesivo

1) Adper Easy Bond (AEB, 3M ESPE, Seefeld, Germany)

2) Adper Prompt L-Pop (APLP, 3M ESPE, Seefeld, Germany)

Cada adesivo foi aplicado por 15s com aplicação ativa ou 15s com aplicação inativa e polimerizado por 10s.

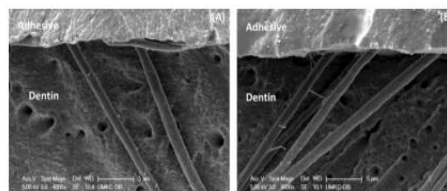
1) APLP-WA : APLP com aplicação ativa

2) APLP-WOA: APLP sem aplicação ativa

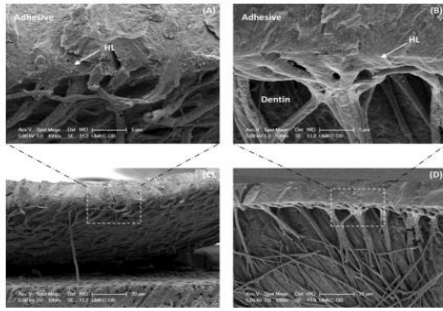
3) AEB-WA: AEB com aplicação ativa

4) AEB-WOA: AEB sem aplicação ativa

A interface adesiva foi exposta e o grau de desmineralização (DD) e a taxa de conversão (DC) foram analisados no espectrofotômetro e a camada híbrida foi analisada em um microscópio de varredura. A morfologia interfacial, o grau de desmineralização da dentina (DD) e o grau de conversão (DC) da APLP adesiva autocondicionante forte mostraram uma dependência mais significativa do modo de aplicação do que o AEB leve. A APLP apresentou ligação inferior na interface A / D, se aplicada sem agitação, evidenciada por desprendimento do substrato da dentina. Os DDs e DCs da APLP com agitação foram maiores do que aqueles sem agitação na interface, em contraste com os valores DD e DC comparáveis de dois grupos de espécimes AEB com diferentes modos de aplicação.



Micrografias eletrônicas de varredura representativas da interface adesivo / dentina (A / D) para (A) Adper Easy Bond aplicada sem agitação (AEB-WOA) e (B) Adper Easy Bond aplicada com agitação (AEB-WA) .



Micrografiaeletrônicas de varredura representativas da interface adesivo / dentina (A / D) para (A e C) AdperPrompt L- Pop aplicado sem agitação (APLP-WOA) e (B e D) AdperPrompt L-Pop Aplicado com agitação (APLP-WA). (C e D) apresentam um campo de

interesse estendido a partir do qual algumas características gerais, como a destruição de espécimes APLP-WOA, podem ser claramente exibidas.

Assim, o estudo mostrou que a aplicação ativa é um dos fatores para melhorar a taxa de conversão e melhorar a resistência adesiva do sistema ALPL. A observação foi em grande parte associada ao aumento da interação química dos monômeros com a hidroxiapatita da dentina. O sistema AEB não mostrou dependência significativa no modo de aplicação, fator relacionado com a sua composição favorável e pH. No caso do sistema APLP, a polimerização com pior desempenho está relacionado com o pH muito baixo, onde há interferência da água nos túbulos dentinários. O melhor resultado da taxa de conversão da ALPL-WA em relação à ALPL-WOA é resultado da evaporação do solvente pela aplicação ativa. No AEB, que utiliza água e etanol como solvente, o etanol evapora facilmente e contribui na evaporação da água, fator que leva a um melhor resultado em relação a ALPL.

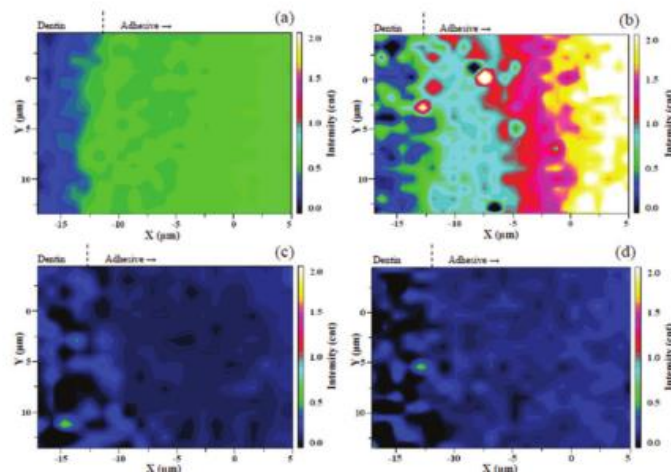
(Y Zhang & Wang, 2012), estudou o efeito do modo de autocondicionantes com diferentes pH. . Foram utilizados 8 terceiros molares sem cárie armazenados e solução salina. Essas amostras foram tratadas com um dos dois adesivos :

1. Adper Easy Bond (AEB, 3M ESPE, Seefeld, Germany)
2. Adper Prompt L-Pop (APLP, 3M ESPE, Seefeld, Germany)

Esses adesivos foram aplicados por 15s na seguinte forma:

1. APLP-WA: APLP aplicado na forma ativa
2. APLP-WOA: APLP aplicado na forma inativa
3. AEB-WA: AEB aplicado na forma ativa
4. AEB-WOA: AEB aplicado na forma inativa

As interfaces dentina-esmalte (DA) foram expostas e analisadas por um espectrofotômetro e o grau de conversão (DC) e o grau de não conversão (CC) foram medidos. Os resultados mostraram que o adesivo APLP exibiu DC decrescentes à medida que a distância da interface D / A se tornou maior para ambos os modos de aplicação, enquanto os DC para o modo dinâmico eram muito superiores aos do modo estático. Quanto à AEB, os DC permaneceram quase constantes em toda a camada adesiva e não mostraram diferença significativa entre dois modos. Assim, os adesivos APLP e AEB mostraram resultados de polimerização distintos em termos de DC. O grau de conversão foi dependente da distância de interface DA.



Imagens de micro-Raman (a) Adper Prompt L-Pop aplicado com agitação (APLP-WA), (b) Adper Prompt L-Pop aplicado sem agitação (APLP-WOA), (c) Adper Easy-Bond aplicado com Agitação (AEB-WA) e (d) Adper Easy-Bond aplicado sem agitação (AEB-WOA).

A APLP, que apresenta um pH inferior foi significativamente dependente da agitação enquanto o adesivo AEB de pH menos ácido não dependeu da agitação. A polimerização distinta dos 2 adesivos e o papel de agitação podem ser atribuídos a diferentes reações químicas. A reação química foi maior na APLP do que na AEB e maior na APLP-WA do que na APLP-WOA. Essa diferença influenciou seus respectivos fotoiniciadores. A reação ácido-base com monômeros ácidos consome as aminas utilizadas nos sistemas iniciadores, causando uma fraca polimerização. O pH mais baixo de APLP dificilmente poderia polimerizar a resina, no entanto quando APLP foi aplicado à dentina, o mineral amorteceria os monômeros ácidos, fazendo com

que a amina sobrevivesse à acidez para iniciar a fotopolimerização. Quanto ao adesivo AEB, a influência da reação química com a dentina no grau de conversão foi menos significativa, fator atribuído a um pH menos ácido, que provocou menos reação ácido-bas com fotoiniciadores que permitiam maior grau de conversão.

Assim, os resultados implicaram que, para adesivos de pH mais baixos, como o APLP, a aplicação com agitação é especialmente essencial para obter DC máximas nas camadas adesivas para formar uma ligação dentinária confiável. O DC do AEB foi universalmente maior que o da APLP e permaneceu quase constante independentemente do modo de aplicação ou da distância da interface D / A. Além do pH, fatores como a composição de monómeros também contribuíram para o DC mais alto. Esta característica sugeriu que o adesivo AEB autocondicionante menos ácido era menos sensível à técnica em comparação com o adesivo APLP forte, uma característica particularmente desejável em aplicações clínicas.

(Serkies, Garcha, Tam, Souza, & Finer, 2016) avaliou o efeito da inibição das Metaloproteinases na enzima humana simulada em interfaces de adesivos autocondicionantes e adesivos de condicionamento total. Foram utilizados em um estudo in-vitro terceiros molares humanos. Em metade amostras foram aplicadas Galardin, um inibidor de Metaloproteinases (MMP) e após os adesivos foram aplicados e polimerizados:

AdaperEasy Bond (EB), 3M ESPE, autocondicionante

Adaper TM Scotchbond (SB), 3M ESPE, com condicionamento total

Um incremento de resina foi adaptado sobre a amostra e polimerizado. Os espécimes foram incubados em meios de cultura:

PBS: solução salina tamponada com fosfato

SHSE solução de esterase simulando a saliva da cavidade bucal

Os espécimes ficaram incubados por 7, 30, 90 e 180 dias e foram submetidas a testes de cisalhamento em cada período. Os meios de incubação foram analisados por cromatografia para detectar a presença de

degradação de bis-GMA, o Bis –PPP. As imagens cromatográficas e fractográficas foram obtidas por um microscópio eletrônico de varredura e software de processamento de imagens. Os resultados mostraram que SHSE apresentaram maior produção de bis-PPP do que PBS para os dois sistemas adesivos. Os espécimes EB não produziram diferenças significantes de fraturas interfaciais nos dois grupos, PBS e SHSE e falharam na interface após 30 dias. Os espécimes SB renderam valores de fratura interfaciais mais baixos após 180 dias no SHSE com ou sem Galardin. O Galardin modificou suavemente a mudança no modo de fratura para ambos os sistemas.

Assim, a degradação catalisada por esterase das interfaces de condicionamento total é modulada pela inibição de MMP. As interfaces de adesivos autocondicionantes possuem maior estabilidade em condições intraorais simuladas, independente da inibição de MMP. Isso pode estar relacionado a diferentes composições químicas e modo de adesão.

(Giannini, 2015) avaliaram a capacidade de vedação e a força de ligação microtensílica de diferentes sistemas adesivos. Foram utilizados 36 molares humanos intactos extraídos. As cavidades foram divididas em seis grupos:

- 1) Adper Single Bond 2 (ASB2), 3M ESPE, EUA: adesivo de dois passos.
- 2) Clearfil SE Bond (CSEB), Kuraray, Japan : adesivo autocondicionante de 2 passos
- 3) G-Bond Plus (GBP), Tóquio, Japan
- 4) Tri-S Bond Plus (TSBP), Kuraray, Japan
- 5) Grupo sem controle adesivo
- 6) Filtek Silorane Adhesive (FSS), 3M ESPE, EUA : adesivo à base de silorano

Metade dos espécimes foram submetidos a termociclagem submersos em solução de prata amoniacal. As imagens foram analisadas por meio de uma tomografia, onde analisaram lacunas entre a interface da resina composta e dente em imagens 2D e 3D. Os espécimes foram submetidos a

texto de microtração e as imagens foram avaliadas no Microscópio Eletrônico de Varredura e Espectroscopia de RX.

Para o teste de adaptação marginal, o CSEB apresentou valores de HB% (Porcentagem de brilho) inferiores ao GBP, mas não diferentes dos ASB2, TSBP após 24h ou após a termociclagem, no entanto houve diferença estatística entre os espécimes GBP e FSS. O CSEB apresentou maior vínculo de força que GBP e TSBP, antes e depois da termociclagem. Após o envelhecimento, não houve diferenças entre ASB2, GBP e TSBP, enquanto o FSS apresentou valores menores que ASB2 e CSEB. A medida que o agente de contraste aumentou, o teste de Microtração diminuiu.

Os sistemas de 2 passos apresentaram desempenho igual ou superior aos sistemas all in one e Silorane.

Conclui-se neste estudo que a vedação marginal continua a ser um fator importante que determina o sucesso das restaurações adesivas.

Oliveira, Menezes, Dias, Alexandre, & Sartini, 2014 et al, avaliaram o papel da camada híbrida na adesão dentinária e conseqüentemente na longevidade da restauração.

Sistema adesivo	Condicionamento Ácido / Lavagem	Secagem	Remoção colágeno/Lavagem		Adesivo	Secagem
Prime & Bond 2.1	Ácido Fosfórico 37% 15seg / Jato água 30seg	Bola de algodão	Ausente		30 seg	Jato de ar 5 seg
Prime & Bond 2.1	Ácido Fosfórico 37% 15seg / Jato água 30seg	Jato de ar 5seg	Nacl 10% 1min / Jato de água 30 seg	Bola de algodão	30 seg	Jato de ar 5 seg
Prime & Bond NT	Ácido Fosfórico 37% 15seg / Jato água 30seg	Bola de algodão	Ausente		20 seg	Jato de ar 5 seg
Prime & Bond NT	Ácido Fosfórico 37% 15seg / Jato água 30seg	Jato de ar 5seg	Nacl 10% 1min / Jato de água 30 seg	Bola de algodão	20 seg	Jato de ar 5 seg
Clearfil Mega Bond	Primer autocondicionante 20seg	Jato de ar 5seg	Ausente		20 seg	Jato de ar 5 seg
Clearfil Mega Bond	Ácido Fosfórico 37% 15seg / Jato água 30seg	Jato de ar 5seg	Nacl 10% 1min / Jato de água 30 seg	Bola de algodão	20 seg	Jato de ar 5 seg

Após os procedimentos adesivos finalizou-se a etapa restauradora com incrementos de 2mm de resina composta. Os dentes foram submetidos a teste de microtração. A avaliação do microscópio eletrônico de varredura (MEV) foi conduzida para examinar o efeito ou não do hipoclorito de sódio (NaOCl) a 10% na formação da camada híbrida em diferentes sistemas adesivos. Uma amostra de cada grupo foi seccionada para obtenção de duas metades de fragmento restaurado. As superfícies hibridizadas foram

desmineralizadas por ácido clorídrico para dissolver os componentes de resina que não foram protegidos por resina e imersos em hipoclorito de sódio a 10%, lavadas, secadas e analisadas no MEV.

Grupo	Sistema adesivo	Tratamento da dentina	Tempo de armazenamento
1	Clearfil MB	Com NaOCl	24 horas
2	Clearfil MB	Com NaOCl	12 meses
3	Clearfil MB	Sem NaOCl	24 horas
4	Clearfil MB	Sem NaOCl	12 meses
5	Prime & Bond NT	Com NaOCl	24 horas
6	Prime & Bond NT	Com NaOCl	12 meses
7	Prime & Bond NT	Sem NaOCl	24 horas
8	Prime & Bond NT	Sem NaOCl	12 meses
9	Prime & Bond 2.1	Com NaOCl	24 horas
10	Prime & Bond 2.1	Com NaOCl	12 meses
11	Prime & Bond 2.1	Sem NaOCl	24 horas
12	Prime & Bond 2.1	Sem NaOCl	12 meses

Os resultados mostraram que a melhor resistência à tração foi apresentada por ClearfilMegaBond. Nas primeiras 24 de armazenamento em hipoclorito de sódio não foi diferente a resistência à tração que no grupo não tratado, mas após 12 meses de armazenamento em NaOCl, a resistência à tração caiu significativamente. O mesmo ocorreu com o sistema Prime&Bond 2.1 que teve um desempenho inferior ao ClearfilMega Bond. Os piores resultados iniciais foram apresentados pelo sistema Prime&Bond NT que piorou ainda mais com o tratamento prévio de dentina com NaOCl.

(Samimi, Ghodrati, Shirban, & Khoroushi, 2017) avaliaram o efeito da duração do processo de secagem ao ar e a duração de polimerização de adesivos autocondicionante sobre a resistência adesiva. Neste estudo in vitro, 120 molares humanos extraídos foram divididos em 12 grupos (n=10). Foram utilizados dois adesivos :

Table 1. Means, standard deviations (SD) and 95% confidence intervals of the micro-shear bond strengths (MPa)

Adhesive	Group number	Air-drying time (s)	Light-curing time (s)	Mean (MPa)	SD	95% Confidence Interval			
						Lower Bound	Upper Bound	Minimum	Maximum
Clearfil SE Bond	1	3	10	10.13	8.17	4.29	15.98	2.60	26.00
	2		20	17.67	5.17	13.97	21.37	7.80	26.00
	3		40	22.35	10.12	15.11	29.59	5.20	39.00
	4	10	10	16.89	9.43	10.15	23.64	2.60	39.00
	5		20	20.79	9.80	13.78	27.81	5.20	36.40
	6		40	22.87	9.23	16.27	29.48	10.40	36.40
Clearfil S ³ Bond	7	3	10	9.35	5.90	5.13	13.58	2.60	20.80
	8		20	11.43	5.90	7.21	15.66	2.60	23.40
	9		40	15.59	10.10	8.36	22.82	5.20	33.80
	10	10	10	9.09	5.51	5.15	13.04	2.60	20.80
	11		20	10.65	7.08	5.58	15.72	2.60	23.40
	12		40	11.69	5.64	7.65	15.74	2.60	18.20

Table 2. Significant P-values between the groups (Tukey's HSD test)

Adhesive	Group number	Air drying time (s)	Light curing time (s)	Group number										
				1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Clearfil SE-Bond	1	3	10	-	0.602	0.036	0.750	0.119	0.023	1.000	1.000	0.925	1.000	1.000
	2	3	20	0.602	-	0.974	1.000	0.999	0.945	0.447	0.833	1.000	0.399	0.703
	3	3	40	0.036	0.974	-	0.925	1.000	1.000	0.018	0.099	0.750	0.014	0.055
Clearfil S3-Bond	4	10	10	0.750	1.000	0.925	-	0.994	0.869	0.602	0.925	1.000	0.550	0.833
	5	10	20	0.119	0.999	1.000	0.994	-	1.000	0.067	0.268	0.945	0.055	0.168
	6	10	40	0.023	0.945	1.000	0.869	1.000	-	0.011	0.067	0.653	0.009	0.036
Clearfil S3-Bond	7	3	10	1.000	0.447	0.018	0.602	0.067	0.011	-	1.000	0.833	1.000	1.000
	8	3	20	1.000	0.833	0.099	0.925	0.268	0.067	1.000	-	0.990	1.000	1.000
	9	3	40	0.925	1.000	0.750	1.000	0.945	0.653	0.833	0.990	-	0.794	0.962
Clearfil S3-Bond	10	10	10	1.000	0.399	0.014	0.550	0.055	0.009	1.000	1.000	0.794	-	1.000
	11	10	20	1.000	0.703	0.055	0.833	0.168	0.036	1.000	1.000	0.962	1.000	-
	12	10	40	1.000	0.869	0.119	0.945	0.309	0.082	1.000	1.000	0.994	1.000	1.000

Os grupos 1 a 3 receberam aplicação de 20s do adesivo CSEB e secagem por 3s. Os grupos 4 a 6 receberam aplicação de 20s do CSEB e secagem por 10s a uma distancia de 5 cm da amostra utilizando uma seringa de ar. Os grupos 7 a 9 receberam aplicação de 20s de adesivo CS3B e secagem por 3s e os grupos 10 a 12 receberam aplicação de 20s de CS3B e secagem por 10s. Todas as amostras foram divididas em 3 grupos que foram polimerizadas por 10, 20 e 40s. Um incremento de resina composta Clearfil AP-X, Kuraray concluiu a restauração com polimerização por 20s. As amostras foram submetidas a testes de cisalhamento e as imagens foram avaliadas sob um microscópio eletrônico de varredura.

Os resultados mostraram que o CSEB apresentou uma força de ligação da dentina significativamente maior que CS3B. O tempo de secagem não afetou a resistência de união dos dois adesivos. O tempo de cura maior melhorou as forças de ligação do CSEB.

(Muñoz et al., 2015), avaliaram a resistência de adesivos à microtração e nanoinfiltração de adesivos universais que contenham ou não MDP utilizados no modo etch andrinse (ER) e self etch (SE).

Foram utilizados neste estudo in vitro 40 molares humanos extraídos. Os sistemas adesivos utilizados:

1. Adper Single Bond 2

2. Clearfil SE Bond
3. Peak Universal Adhesive System
4. ScotchBond Universal Adhesive
5. All-Bond Universal

Os sistemas adesivos foram aplicados após os procedimentos de adesão todas as amostras receberam uma restauração em resina composta .. Metade dos espécimes foram submetidos a testes de microtração no tempo imediato e após 6 meses de armazenamento em água. A outra metade foi submetida a teste de nanoinfiltração em solução de nitrato de prata amoniacal, lavados e polidos. As interfaces resina-dentina foram avaliadas no microscópio eletrônico de varredura.

Os resultados mostraram que no período imediato PKSE e PKER mostraram padrão de microtensão semelhantes aos adesivos controle, mas aumentaram o padrão de nanoinfiltração e microtensão após 6 meses. ScSE e ScER mostraram valores de microtensão intermediários no período imediato, mas permaneceram estáveis após 6 meses. AIER mostrou maior índice de microtensão imediato, mas apresentou maior degradação.

Time	Adhesive System							
	Adper Single Bond 2	Clearfil SE Bond	Peak Universal Se	Peak Universal Er	Scotchbond Universal Se	Scotchbond Universal Er	Allbond Universal Se	Allbond Universal Er
Immediate	47.6 \pm 5.5 a	42.9 \pm 4.4 a, b	39.5 \pm 5.1 b	44.3 \pm 1.6 a, b	33.3 \pm 3.2 c	34.7 \pm 4.6 b, c	20.9 \pm 4.1 e	38.5 \pm 4 b
6 mo	38.8 \pm 5.7 b	36.2 \pm 2.7 b, c	27.9 \pm 4.9 d	34.2 \pm 4.2 c	33.6 \pm 5.8 c	34.6 \pm 6.2 c	20.4 \pm 4.8 e	28.1 \pm 4.3 c

(*) Means identified with identical lower case letters are statistically similar ($p > 0.05$)

Adhesive System	Application Mode	Time	Fracture Pattern			
			A	C	AM	PF
Adper Single Bond 2	Er control	Immediate	51 (73.9)	10 (14.5)	6 (8.7)	2 (2.9)
		6 mo	49 (73.1)	4 (6.0)	9 (13.4)	5 (7.5)
Clearfil SE Bond	Se control	Immediate	50 (74.6)	3 (4.5)	10 (14.8)	4 (6.0)
		6 mo	53 (80.3)	2 (3.0)	8 (12.1)	3 (4.6)
Peak Universal	Er	Immediate	56 (80)	0 (0)	10 (14.3)	4 (5.7)
		6 mo	52 (75.4)	2 (2.9)	12 (17.4)	3 (4.3)
	Se	Immediate	58 (82.8)	3 (4.3)	7 (10)	2 (2.9)
		6 mo	48 (68.6)	1 (1.5)	13 (18.8)	7 (10.1)
Scotchbond Universal	Er	Immediate	53 (79.1)	2 (3.0)	10 (14.8)	2 (3.0)
		6 mo	50 (78.1)	0 (0)	13 (20.3)	1 (1.6)
	Se	Immediate	47 (71.2)	3 (4.6)	11 (16.7)	5 (7.5)
		6 mo	51 (73.9)	1 (1.4)	14 (20.3)	3 (4.4)
Allbond Universal	Er	Immediate	49 (71)	8 (11.6)	7 (10.1)	5 (7.3)
		6 mo	49 (73.1)	2 (3.0)	12 (17.9)	4 (6.0)
	Se	Immediate	51 (72.8)	4 (5.7)	9 (12.9)	6 (8.6)
		6 mo	47 (69.1)	1 (1.4)	10 (14.7)	6 (8.6)

Abbreviations: A, adhesive fracture mode; C, cohesive fracture mode; AM, adhesive/mixed fracture mode; PF, premature failure.

Table 4: Nanoleakage (NL) Values (Means \pm Standard Deviations) of the Different Experimental Groups

Time	Adhesive System							
	Adper Single Bond 2	Clearfil SE Bond	Peak Universal Bond Se	Peak Universal Bond Er	ScotchBond Universal Se	ScotchBond Universal Er	Allbond Universal Se	Allbond Universal Er
Immediate	13.1 \pm 2.0 b	7.5 \pm 2.9 a, b	31.6 \pm 3.1 c	23.9 \pm 4.2 c	5.1 \pm 2.1 a	5.3 \pm 1.1 a	6.0 \pm 3.9 a	9.4 \pm 1.8 b
6 mo	14.7 \pm 4.1 b	8.6 \pm 4.1 a, b	42.2 \pm 2.6 d	34.4 \pm 4.1 d	4.7 \pm 2.8 a	5.4 \pm 2.0 a	5.9 \pm 1.4 a	8.9 \pm 3.1 a, b

(*) Means identified with identical lower case letters are statistically similar ($p > 0.05$)

Assim, os adesivos universais que contém MDP (Scotchbond Universal e Allbond Universal) apresentam índice de microtensão mais estável e nanoinfiltração reduzida, semelhante ao adesivo CSE Bond após 6 meses de armazenamento em água.

(Piemjai & Lenglerdphol, 2017) avaliaram em um estudo in vitro o grau de infiltração de corantes nas margens de esmalte, cimento e dentina das restaurações antes e após clareamento. Dois grupos controle de 10 cavidades (sem clareamento) foram separados e todos os grupos foram preparados utilizando os seguintes grupos adesivos:

1. AQ-Bond (Seem Medical, Japan) : adesivo autocondicionante

Single Bond 2 (3M ESPE, EUA), técnica total etch

TABLE 2 Treatment sequence in bleached groups (n = 10)

Bleached groups	Sequence
BIR-AQ	Bleached, ^a then prepared cavity and immediately restored with resin-composite using AQ-Bond.
BIR-S	Bleached, ^a then prepared cavity and immediately restored with resin-composite using Single-Bond2.
B7R-AQ	Bleached ^a and stored in artificial saliva for 7 days at 37°C, then prepared cavity and filled with resin-composite using AQ-Bond.
B7R-S	Bleached ^a and stored in artificial saliva for 7 days at 37°C, then prepared cavity and filled with resin-composite using Single-Bond2.
RB-AQ	Prepared cavity and filled with resin-composite using AQ-Bond, then bleached. ^a
RB-S	Prepared cavity and filled with resin-composite using Single-Bond2, then bleached. ^a

^aUsing Opalescence Boost for 20 min and agitate every 5 min, rinse with water, then repeat same bleaching process 3 times.

Os adesivos foram e as restaurações foram. Outros seis grupos foram submetidos a clareamento de peróxido de hidrogênio 38% (Opalescence, Ultradent) antes e depois de receberem os procedimentos de adesão e restauração. Todos os grupos foram restaurados com resina composta e polimerizados por 40s. Após, todos os espécimes foram armazenados em saliva artificial por 24h a 37°C e depois foram imersos em solução aquosa de fucsina. Essas superfícies foram polidas e a espessura de penetração do corante foi avaliada nas margens gengivais usando um polarizador (Nikon, Japan). Uma imagem digital foi tomada com uma câmera anexa.

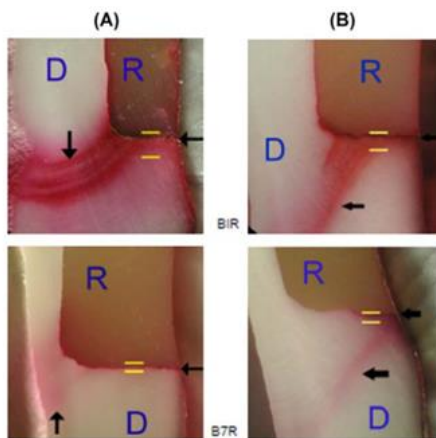


FIGURE 4 Dye penetration distance (arrowed) and thickness (=) at gingival margins of B1R and B7R groups using AQ-Bond (A) and Single-Bond2 (B). (original $\times 25$, R = restoration, D = dentin)

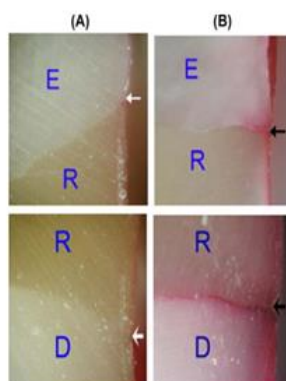


FIGURE 2 Control specimens demonstrating: A, No leakage (white arrow) at enamel and cementum/dentin margins using AQ-Bond; B, Leakage (black arrow) using Single-Bond2. (original $\times 200$, R = restoration, E = enamel, D = dentin)

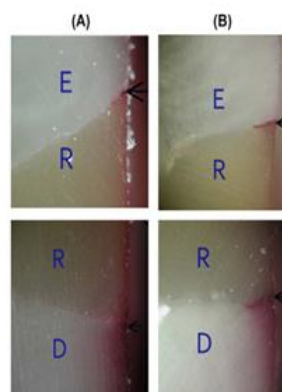


FIGURE 3 Leakage at enamel and cementum/dentin-resin interface (arrowed) of RB groups using AQ-Bond (A) and Single-Bond2 (B). (original $\times 200$, R = restoration, E = enamel, D = dentin)

Os resultados mostraram que não houve microinfiltração de corante usando C-AQ enquanto houve penetração no grupo controle usando Single Bond 2 e grupos clareados. Os dentes clareados antes e após a restauração tiveram uma microinfiltração marginal mesmo com o armazenamento em saliva artificial.

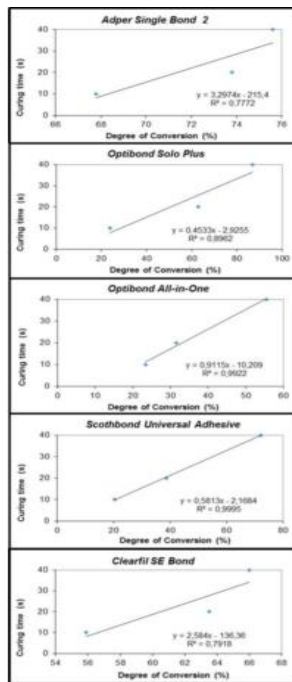
(Sampaio et al., 2017), avaliaram a capacidade de ligação e a conversão de monômeros de um sistema adesivo universal aplicado à dentina com diferentes tempos de cura e armazenamento.

Em um estudo in vitro foram utilizados 75 molares humanos extraídos. Os espécimes foram distribuídos em 15 grupos (n=5) de acordo com o sistema adesivo e tempo de cura (10s, 20s ou 40s).

1. Total etch : Adper Single Bond 2 (SB)
2. Total etch: Optibond Solo Plus (OS)
3. Self etch : Optibond All in One (OA)
4. Self etch: Clearfill SE (CSE)
5. Self etch: Scotchbond Universal Adhesive (SU)

Os adesivos foram aplicados seguindo as instruções do fabricante e polimerizados por 10s, 20s ou 40s. Após a aplicação os adesivos foram realizados dois incrementos de 2mm de resina e fotoativação de 40s e submetidas a teste de força de ligação microtensílica até a fratura. A análise fractuográfica foi realizada no microscópio eletrônico de varredura (SEM) e a conversão de monômeros foi obtida com espectros de infravermelho.

Os resultados mostraram que na avaliação de 24h, AO e CSE apresentaram força de ligação semelhante, independente do tempo de polimerização, enquanto SB e SU exibiram forças de ligações significativamente maiores quando polimerizadas durante 20s e 40s. AO também apresentou mesma força de ligação quando polimerizada por períodos de tempos mais longos (20s e 40s). Todos os adesivos testados exibiram uma conversão de monômero significativamente menos quando fotoativados de acordo com as instruções do fabricante (10s).



O presente estudo concluiu que as maiores conversões de monômeros obtidas com maior exposição à luz permitem maior resistência de ligação imediata para a maioria dos adesivos testados. Após armazenamento de 2 anos apenas o adesivo autocondicionante OptibondAll in One exibiu a mesma resistência de ligação quando curado por longos períodos de tempo.

(Koppolu et al., 2012) avaliaram o efeito da contaminação por saliva e sangue na resistência de união de adesivos de 5^a, 7^a e 8^a geração. Foram utilizados 180 pré-molares humanos. Todos os dentes foram divididos em seis grupo (n=10):

- Grupo 1-3 : superfície de dentes contaminados com saliva
- Grupo 4-6: superfície de dentes contaminados com sangue
- Grupos 1 e 4: Optibond Solo Plus, Kerr, EUA (5^a geração)
- Grupos 2 e 5: Optibond All-In_One, Kerr, EUA (7^a geração)
- Grupos 3 e 6: Futurabond DC, Voco, Alemanha (8^a geração)

Dependendo do estágio de contaminação, cada grupo foi subdividido em três subgrupos (n=10):

- Subgrupo A aplicação do adesivo de acordo com o fabricante
- Subgrupo B: contaminação com saliva e sangue após a aplicação do adesivo e antes da polimerização
- Subgrupo C: contaminação com saliva e sangue após a polimerização do adesivo.

O teste de cisalhamento foi realizado e os dados foram obtidos por análise estatística. Os resultados do estudo mostrou uma redução significativa da força de ligação quando as amostras foram contaminadas por saliva ou sangue. Todos os adesivos em grupos contaminados com saliva resultaram em maior diminuição da força de ligação quando contaminada antes da polimerização.

(Feitosa et al., 2012) avaliaram os efeitos hidrolíticos, a nanoinfiltração e a sorção de água nas interfaces resina-dentina de diferentes sistemas adesivos. Foram utilizados 125 molares humanos extraídos e isentos de cárie. Os espécimes foram divididos em 3 grupos (n=35):

- Grupo ClearfilSEBond (CSE), Kuraray, Japan: autocondicionante de dois passos.
- Grupo Clearfil S3 Bond (CS3), Kuraray, Japan: autocondicionante de um passo
- Grupo Adper Single Bond 2 (SB), 3M ESPE, EUA: total etch de um passo

Table 1 - Adhesives used, batches, chemical compositions and application protocols.			
Materials	Composition	Application procedure	Batch
Clearfil S3 Bond	MDP, BisGMA, HEMA, dimethacrylates, photoinitiator	Apply adhesive for 20 s. Air-dry for 5 s to evaporate solvent. Light cure for 10 s.	127A
Clearfil SE Bond	Primer: MDP, HEMA, water, photoinitiator Bond: MDP, BisGMA, HEMA, TEGDMA, hydrophobic dimethacrylates, photoinitiator	Apply primer for 20 s, gently air-dry; apply bond. Light cure for 10 s.	896A 1321A
Adper Singlebond 2	Etchant: 37% phosphoric acid Adhesive: HEMA, BisGMA, TEGDMA, polyalkenoic acid copolymer, dimethacrylates, ethanol, water and camphorquinone	Acid-etch for 15 s, rinse with water for 15 s leaving the dentine moist. Bond was applied in two coats and gently air-dried. Light cure for 10 s.	7KK 9WP
BisGMA: bisphenol-A-diglycidylmethacrylate; HEMA: hydroxyethylmethacrylate; MDP: 10-methacryloyloxi-decyl-phosphate; TEGDMA: triethylene-glycol-dimethacrylate.			

Seis incrementos de resina composta Filtek Z350 (3M ESPE) foram curados. Após os procedimentos restauradores, os grupos foram divididos em subgrupos:

1. Controle: imersão em água por 24h e após secção em varas
2. Exposição direta à água (DWE-6meses): imersão em água por 24h, secção em varas e armazenamento em água por 6 meses.
3. Exposição direta à água (DWE-12 meses): imersão em água por 24h, secção em varas e armazenamento em água por 12 meses.
4. Exposição indireta à água (IWE-6 meses): imersão em água por 6 meses e secção em varas
5. Exposição indireta à água (IWE-12 meses): imersão em água por 12 meses e secção em varas
6. Pressão Pulpar simulada (SPP-6m) : submetida a 20cm de água de pressão pulpar simulada e imersão em água por 6 meses e secção em varas.
7. Pressão Pulpar Simulada (SPP-12m): submetida a 20 cm de água de pressão pulpar simulada em água por 12 meses e seção em varas.

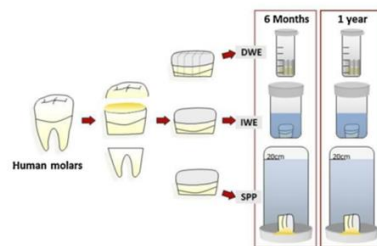


Fig. 1 - Schematic drawing depicting the different ageing strategies after 6 and 12 months. "DWE" means direct water exposure, "IWE" means indirect water exposure and "SPP" means simulated pulpal pressure.

Os dentes foram submetidos à testes de microtração e os resultados foram obtidos em Mpa e avaliados em microscópio eletrônico de varredura (MEV). A evolução da nanoinfiltração foi avaliada em outro subgrupo em que as varas dos espécimes foram submersas em nitrato de potássio amoniacal, lavadas e submersas em solução fotográfica para reduzir os íons de prata em grãos de prata metálica ao longo da interface dentina-resina. As imagens foram avaliadas no MEV.

Os resultados mostraram que os grupos SB e CS3 foram mais afetados pela degradação hidrolítica que o CSE. A exposição indireta à água por 6 meses foi semelhante ao grupo controle. O grupo CSE mostrou uma

queda significativa após 12 meses de armazenamento em água (DWE) e os espécimes CS3 e SB caíram significativamente quando submetidas ao desafio SPP e DWE por 6 meses. A taxa de degradação DWE foi maior que SPP.

Os padrões de nanoinfiltração observados no MEV mostraram IWE foi semelhante ao grupo controle exceto para o SB. A maior absorção de prata foi observada após DWE para SB e CS3. A formação de watertree foi observada sob SPP.

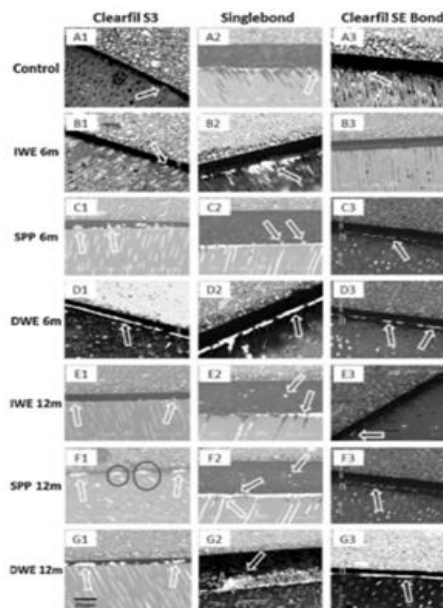


Fig. 5 – SEM micrographs representing the most common nanoleakage features (silver uptake). The nanoleakage was higher for direct water exposure than for other methods of water storage. Clearfil SE Bond presented more resistance against silver uptake than other RBS; however, after one year of direct water exposure (G3), large silver deposits were observed. Note the similarity in nanoleakage between controls (figures A1-A3) and indirect water exposure (figures E1-E3 and F1-E3). The arrows are evidencing the overall silver deposits in all groups. Water trees were found under simulated pulpal pressure (C1, C2 and F2) for Clearfil S3 and Singlebond. Continuing silver impregnation from distal tubules to adhesive layers (grey circles) was observed under simulated pulpal pressure (C2, F1 and F2). Direct water exposure provided a random pattern of nanoleakage with some water trees (G1) and large silver deposits in hybrid (D1, D2 and G3) and adhesive layers (G2).

A análise de sorção de água mostrou maior sorção de água do CS3 em relação ao CSE e SB. O CSE e o SB mostraram resultados parecidos:

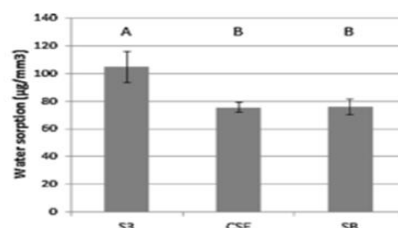


Fig. 6 – Graphic showing the outcomes of water sorption survey and outcomes of one-way ANOVA and Tukey's test. Different letters over the columns indicate statistically significant difference ($p < 0.05$). "S3" = Clearfil S3, "CSE" = Clearfil SE Bond and "SB" = Singlebond 2.

(Luque-Martinez et al., 2014) avaliaram as forças de ligação de microtensão e nanoinfiltração de 3 sistemas adesivos universais com diferentes tempos de evaporação do solvente. Foram utilizados neste estudo in vitro, 45 molares humanos extraídos. Uma superfícies de dentina polida e padronizada foi obtida. Vinte grupos adesivos foram criados:

Table 2 – Number and percentage of specimens (%) according to fracture pattern mode and the premature debonded specimens from experimental group.

Adhesive system	Application mode	Air-dry time	Fracture pattern			
			A	C	A/M	PF
All-Bond Universal (ABU)	Etch-and-rinse	5	50 (83.3)	6 (10.1)	2 (3.3)	2 (3.3)
		10	42 (72.4)	4 (6.9)	4 (6.9)	8 (13.8)
		15	46 (74.1)	6 (9.7)	4 (6.5)	6 (9.7)
	Self-etch	5	38 (70.4)	8 (14.8)	6 (11.1)	2 (3.7)
		10	61 (86.1)	0 (0.0)	6 (8.3)	2 (5.6)
		15	54 (88.5)	0 (0.0)	2 (3.3)	5 (8.2)
Prime&Bond Elect (PBE)	Etch-and-rinse	5	52 (81.3)	2 (3.1)	8 (12.5)	2 (3.1)
		10	62 (94.0)	0 (0.0)	2 (3.0)	2 (3.0)
		15	48 (77.7)	2 (3.0)	4 (6.1)	12 (12.3)
	Self-etch	5	62 (89.0)	0 (0.0)	4 (5.5)	4 (5.5)
		10	58 (82.9)	2 (2.9)	4 (5.7)	6 (8.6)
		15	44 (75.9)	4 (6.9)	4 (6.9)	6 (10.3)
Scotchbond Universal Adhesive (SBU)	Etch-and-rinse	5	52 (74.3)	4 (5.7)	8 (11.4)	6 (8.6)
		10	34 (68.0)	0 (0.0)	6 (12.0)	10 (20.0)
		15	54 (87.0)	0 (0.0)	4 (6.5)	4 (6.5)
	Self-etch	5	64 (80.0)	4 (5.0)	8 (10.0)	2 (5.0)
		10	60 (88.2)	0 (0.0)	8 (11.8)	0 (0.0)
		15	50 (89.3)	2 (3.6)	4 (7.1)	0 (0.0)
Self-etch	5	46 (67.6)	10 (14.7)	8 (11.8)	4 (5.9)	
	15	64 (82.0)	2 (2.6)	2 (2.6)	10 (12.8)	

A: adhesive fracture mode; C: cohesive fracture mode; A/M: adhesive/mixed fracture mode; PF: premature failures.

Após os procedimentos adesivos, 2 incrementos de resina composta e submetidas a teste de microtração. Os resultados foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura.

Adhesive	Etch-and-rinse			
	5 s	10 s	15 s	25 s
ABU ^b	34.4 (4.3) B,C	40.8 (5.0) A	40.5 (2.8) A	41.0 (4.1)
PBE ^c	16.8 (2.4) D	–	29.9 (4.4) C	35.6 (5.2)
SBU ^c	36.2 (3.3) B	–	38.7 (2.6) A,B	40.9 (2.3)

^a Similar capital (etch-and-rinse) and lower (self-etch) is not statistically significant ($p < 0.05$).
^b The manufacturer recommends 10 s of solvent evaporation time.
^c The manufacturer recommends 5 s of solvent evaporation time.

Self-etch			
5 s	10 s	15 s	25 s
18.8 (1.5) d	22.0 (5.1) d	22.2 (3.7) d	29.2 (4.5) b,c
18.9 (2.6) d	–	32.6 (3.4) b	35.6 (4.5) a,b ^c
32.3 (4.8) b	–	38.9 (2.0) a	34.5 (3.6) a,b

Para a estratégia ER, o aumento do tempo de evaporação do solvente de 5s para 25s resultou em um TBS maior para todos os sistemas

adesivos testados. Para a estratégia SE, um tempo de evaporação de 25s resultou em um TBS maior em relação aos testes de 5, 10 e 15s, com exceção do SBU, que teve um resultado melhor em 15s de evaporação.

Para a avaliação da nanoinfiltração, discos de dentina foram cortados e uma camada de esfregação padronizada foi criada. Os procedimentos adesivos foram executados e após, uma camada de resina Bulk (Filtek Bulk Fill, 3M ESPE) foi aplicada. Todos os discos foram imersos em solução de prata amoniaca, lavadas e micrografadas.

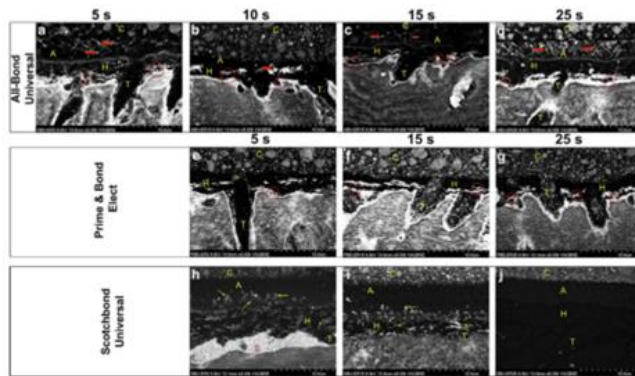


Fig. 1 – Micrographs of resin–dentin interfaces for the ER strategy, observed under a FESEM with a backscattered detector. Original magnification – $\times 5000$. A = Adhesive layer; C = Composite resin; H = Hybrid layer; T = Resin tag. For ABU-ER, solvent evaporation time of 5 s (a), 10 s (b), 15 s (c) and 25 s (d). The circle marks a reticular pattern of silver ions infiltration. Filled arrows denote silver spots dispersed in the adhesive layer. For PBU-ER, solvent evaporation time of 5 s (e), 15 s (f) and 25 s (g). The circle marks a reticular pattern of silver ions infiltration. The pointer marks filled resin tags. The adhesive layer was not readily visible. For SBU-ER, solvent evaporation time of 5 s (h) and 15 s (i). The unfilled arrow denotes silver accumulation at the base of the hybrid layer. The small line arrows point to a fine dendritic pattern of silver ions within the hybrid layer and glomerular-like precipitates at the transition between the hybrid layer and the adhesive layer. The interface between the adhesive layer and the hybrid layer also displayed a shag-carpet structure. For SBU-ER, solvent evaporation time of 25 s (j). This particular interface is silver free. The shag-carpet pattern was also observed in some areas of the interface for this group (not observed in this micrograph).

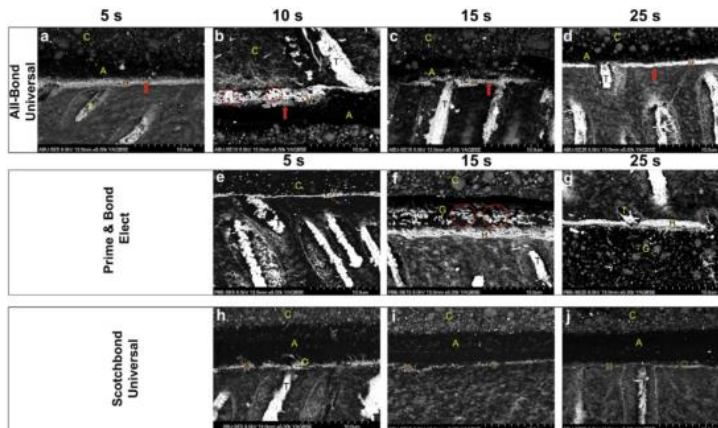


Fig. 2 – Micrographs of resin–dentin interfaces for the SE strategy, observed under a FESEM with a backscattered detector. Original magnification – $\times 5000$. A = Adhesive layer; C = Composite resin; H = Hybrid layer; T = Resin tag. For ABU-SE, solvent evaporation time of 5 s (a), 10 s (b), 15 s (c) and 25 s (d). Silver ions were observed predominantly at the base of the hybrid layer (filled arrow). Only in (b), areas of debonding [G] displayed numerous dense water-trees on the top of the hybrid layer (circles). For PBU-SE, solvent evaporation time of 5 s (e), 15 s (f) and 25 s (g). The hybrid layer and resin tags were infiltrated with silver particles. Only in (f), areas of debonding [G] displayed numerous dense water-trees on the top of the hybrid layer (circles). For SBU-SE, solvent evaporation time of 5 s (h), 10 s (i) and 15 s (j). Silver ions were observed aligned in a shag-carpet pattern (asterisk) at the transition between the hybrid layer and the adhesive layer, similarly to the pattern observed for SBU-ER interfaces.

O resultado mostrou que para o teste de nanoinfiltração, a estratégia ER resultou em maior nanoinfiltração que para a estratégia SE. Um tempo de evaporação do solvente de 25s resultou em menor nanoinfiltração.

O estudo concluiu que um tempo prolongado de evaporação do solvente pode melhorar a eficácia de ligação para adesivos universais específicos, dependendo da estratégia utilizada.

(Akimasa Tsujimoto et al., 2016) avaliaram a influência do tempo de aplicação do ácido fosfórico no esmalte na durabilidade, resistência e molhabilidade de adesivos universais. Foram utilizados nesse estudo molares humanos extraídos. Grupos distintos foram formados; 2 grupos sem pré – condicionamento de esmalte:

1. Esmalte moído
2. Esmalte moído e antes submetido a limpeza ultra-sônica para remover a camada de smearlayer

Outros grupos foram submetidos à pré-condicionamento em tempos diferentes:

1. Esmalte condicionado por ácido fosfórico por 3s
2. Esmalte condicionado por ácido fosfórico por 5s
3. Esmalte condicionado por ácido fosfórico por 10s
4. Esmalte condicionado por ácido fosfórico por 15s

Todas as amostras receberam procedimentos adesivos de acordo com as instruções do fabricante e um incremento de 2mm de resina composta que foi polimerizado

Table 1
Materials used in this study

Material (lot. no)	Type of material (abbreviation)	Main components (pH)	Manufacturer
Scotchbond Universal (566724)	Universal adhesive (SU)	Bis-GMA, HEMA, MDP, ethyl methacrylate, 2-propenoic acid, 2-methyl-reaction products with 1,10-decanediol and phosphorous oxide, copolymer of acrylic and itaconic acid, dimethylaminobenzoate, methyl ethyl ketone, ethanol, water, camphorquinone, silane-treated silica (2.7)	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Adhese Universal (164453)	Universal adhesive (AU)	MDP, bis-GMA, HEMA, MCAP, decandiol dimethacrylate, dimethacrylate, ethanol, water, initiator, stabilizers, silicon dioxide (2.5)	Ivoclar Vivadent, Schaan, Lichtenstein
G-Premio Bond (541424)	Universal Adhesive (GB)	MDP, 4-MET, MEPS, methacrylate monomer, acetone, water, initiator, silica (1.5)	GC, Tokyo, Japan
Ultra-Etch (G019)	Pre-etching agent	35% phosphoric acid, glycol, cobalt aluminate blue spinel	Ultradent Products South Jordan, UT, USA
Z100 (1312131)	Resin composite	Bis-GMA, TEGDMA, silane treated ceramic, 2-benzotriazolyl-4-methylphenol	3M ESPE, St Paul, MN, USA

4-MET, 4-methacryloyloxyethyl trimellitate; bis-GMA, 2,2-bis[4-(2-hydroxyl-3-methacryloyloxypropoxy)phenyl]propane; HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; MCAP, methacrylated carboxylic acid polymer; MDP, 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; MEPS, methacryloyloxyalkyl thiophosphate methylmethacrylate; TEGDMA, triethylene glycol dimethacrylate.

Os espécimes foram submetidos a testes de ciclagem térmica de 3 formas:

1. Grupo sem ciclagem térmica
2. Grupo com 30.000 ciclos térmicos
3. Grupo com 60.000 ciclos térmicos

Após, esses grupos foram submetidos a testes de cisalhamento e os valores foram avaliados em microscópio óptico e os valores foram calculados em Mpa.

As características de energia livre dos grupos foram determinadas medindo o ângulo de contato formado com a superfície de três líquidos de teste.

Table 3
Influence of duration of phosphoric acid pre-etching and smear layer of enamel on shear bond strength (SBS) values of the adhesive Scotchbond Universal (SU)

Treatment	Parameter	24 h	30,000 TCs	60,000 TCs
With smear	SBS	27.4 (5.1) ^{a,A}	28.7 (6.5) ^{a,A}	20.7 (3.4) ^{b,A}
	Failure mode	[15/0/0/0]	[15/0/0/0]	[15/0/0/0]
Without smear	SBS	28.2 (5.9) ^{a,A}	27.9 (6.6) ^{a,A}	21.6 (4.1) ^{b,A}
	Failure mode	[13/0/0/2]	[14/0/0/1]	[15/0/0/0]
3 s	SBS	33.8 (6.0) ^{a,B}	32.8 (6.9) ^{a,B}	27.5 (3.9) ^{b,B}
	Failure mode	[13/2/0/0]	[13/0/0/2]	[14/0/1/0]
5 s	SBS	33.8 (5.4) ^{a,B}	33.7 (6.7) ^{a,B}	26.9 (4.6) ^{a,B}
	Failure mode	[14/1/0/0]	[13/0/0/2]	[13/0/1/1]
10 s	SBS	34.5 (5.8) ^{a,B}	32.3 (6.7) ^{a,B}	27.4 (3.7) ^{b,B}
	Failure mode	[12/1/1/1]	[14/1/0/0]	[13/1/0/1]
15 s	SBS	33.9 (5.1) ^{a,B}	32.0 (6.0) ^{a,B}	28.5 (3.8) ^{a,B}
	Failure mode	[13/0/1/1]	[14/0/0/1]	[14/0/1/0]

TCs, thermal cycles.

Values are given as mean (SD) in MPa. $n = 15$. The same lower-case letter after values within rows indicates no significant difference between the values ($P > 0.05$). The same upper-case letter after values in columns indicates no significant difference between the values ($P > 0.05$). Failure mode is given as: [adhesive failure/cohesive failure in enamel/cohesive failure in resin/mixed failure].

Table 4
Influence of duration of phosphoric acid pre-etching and smear layer of enamel on shear bond strength (SBS) values of the adhesive Adhese Universal (AU)

Treatment	Parameter	24 h	30,000 TCs	60,000 TCs
With smear	SBS	24.4 (6.1) ^{a,A}	24.7 (5.5) ^{b,A}	16.7 (5.4) ^{b,A}
	Failure mode	[14/0/0/1]	[15/0/0/0]	[15/0/0/0]
Without smear	SBS	24.2 (5.9) ^{a,A}	25.1 (5.6) ^{a,A}	16.6 (5.1) ^{b,A}
	Failure mode	[13/0/0/2]	[15/0/0/0]	[15/0/0/0]
3 s	SBS	30.8 (6.0) ^{a,B}	32.0 (5.9) ^{a,B}	24.5 (5.9) ^{b,B}
	Failure mode	[12/2/0/1]	[13/0/2/0]	[14/0/1/0]
5 s	SBS	30.8 (5.4) ^{a,B}	31.5 (5.7) ^{a,B}	25.9 (5.6) ^{a,B}
	Failure mode	[14/0/0/1]	[14/0/1/0]	[12/0/2/1]
10 s	SBS	30.5 (5.8) ^{a,B}	30.7 (5.7) ^{a,B}	24.4 (5.7) ^{b,B}
	Failure mode	[13/0/1/1]	[14/0/0/1]	[12/1/1/1]
15 s	SBS	31.9 (5.1) ^{a,B}	30.1 (5.0) ^{a,B}	26.5 (5.8) ^{a,B}
	Failure mode	[13/0/1/1]	[14/0/0/1]	[14/0/1/0]

TCs, thermal cycles.

Values are given as mean (SD) in MPa. $n = 15$. The same lower-case letter after values within rows indicates no significant difference between the values ($P > 0.05$). The same upper-case letter after values in columns indicates no significant difference between the values ($P > 0.05$). Failure mode is given as: [adhesive failure/cohesive failure in enamel/cohesive failure in resin/mixed failure].

Table 5
Influence of duration of phosphoric acid pre-etching and smear layer of enamel on shear bond strength (SBS) values of adhesive G- Premio Bond (GB)

Treatment	Parameter	24 h	30,000 TCs	60,000 TCs
With smear	SBS	23.1 (6.1) ^{a,A}	24.2 (5.5) ^{a,A}	16.4 (5.4) ^{b,A}
	Failure mode	[14/0/0/1]	[14/0/1/0]	[14/0/0/1]
Without smear	SBS	23.5 (5.9) ^{a,A}	24.1 (5.6) ^{a,A}	15.5 (5.1) ^{b,A}
	Failure mode	[13/0/0/2]	[15/0/0/0]	[15/0/0/0]
3 s	SBS	29.7 (6.0) ^{a,B}	31.1 (5.9) ^{a,B}	26.9 (5.4) ^{a,B}
	Failure mode	[12/2/0/1]	[13/0/2/0]	[15/0/0/0]
5 s	SBS	29.5 (5.4) ^{a,B}	32.1 (4.7) ^{a,B}	25.2 (4.8) ^{b,B}
	Failure mode	[13/0/1/1]	[14/0/1/0]	[12/0/2/1]
10 s	SBS	30.6 (5.8) ^{a,B}	30.7 (3.7) ^{a,B}	25.3 (4.5) ^{b,B}
	Failure mode	[13/0/1/1]	[13/1/0/1]	[12/1/1/1]
15 s	SBS	31.5 (4.1) ^{a,B}	30.6 (4.0) ^{a,B}	24.9 (4.8) ^{b,B}
	Failure mode	[13/0/1/1]	[13/0/1/1]	[14/0/1/0]

TCs, thermal cycles.

Values are given as mean (SD) in MPa. $n = 15$. The same lower-case letter after values within rows indicates no significant difference between the values ($P > 0.05$). The same upper-case letter after values in columns indicates no significant difference between the values ($P > 0.05$). Failure mode is given as: [adhesive failure/cohesive failure in enamel/cohesive failure in resin/mixed failure].

Table 6
Influence of duration of phosphoric acid pre-etching and smear layer of enamel on surface free-energy and surface free-energy parameters

Treatment	Surface free-energy of solid (γ_s)	Surface free-energy parameters		
		Dispersion force (γ_s^d)	Polarity force (γ_s^p)	Hydrogen bonding force (γ_s^h)
With smear	55.5 (3.6) ^a	40.5 (1.1) ^a	3.5 (2.4) ^a	11.5 (2.4) ^a
Without smear	53.8 (3.2) ^a	40.4 (1.0) ^a	3.1 (2.2) ^a	10.3 (2.0) ^a
3 s	73.2 (2.8) ^b	40.4 (0.7) ^a	8.5 (1.9) ^b	24.3 (2.0) ^b
5 s	74.0 (3.7) ^b	40.4 (1.2) ^a	9.1 (2.7) ^b	24.5 (2.4) ^b
10 s	74.4 (3.6) ^b	40.5 (1.0) ^a	9.4 (2.6) ^b	25.5 (2.3) ^b
15 s	74.0 (3.2) ^b	40.6 (0.9) ^a	8.6 (2.1) ^b	24.8 (2.2) ^b

Values are given as mean (SD), in: mN m^{-1} . $n = 10$. The same lower-case letter after values within a column indicates no significant difference between estimates ($P > 0.05$).

Os resultados mostraram que os espécimes pré-condicionados apresentavam valores maiores em testes de energia livre e resistência ao cisalhamento em relação aos espécimes que não foram pré-condicionados,

independente do envelhecimento e do tipo de adesivo. Não houve diferenças significativas nos valores de cisalhamento e características de energia livre para os espécimes com e sem smearlayer.

Este estudo sugeriu que o pré-condicionamento de esmalte melhora a durabilidade dos adesivos universais e melhora as características de molhabilidade da superfície do esmalte.

(Wagner, Wendler, Petschelt, Belli, & Lohbauer, 2014), realizaram estudo para avaliar a resistência adesiva e a penetração de resina na dentina de 3 adesivos universais aplicados no modo Total Etch e Self Etch. As superfícies de dentina foram expostas e tratadas com adesivos universais. Três grupos experimentais foram criados e tratados no modo Total Etch e Self Etch

Table 1 – Adhesive composition and application procedure (information supplied in the safety data sheets and material instructions).		
Material	Composition	Application procedure
Futurabond U (FbU) Voco Cuxhaven, Germany	Liquid 1: Acidic adhesive monomer HEMA BISGMA, HEDMA, UDMA Catalyst Liquid 2: Ethanol Initiator, catalyst	1. Mix and stir thoroughly both liquids with the Single Tim applicator. 2. Apply the adhesive homogeneously to the surface and rub for 20 s using the Single Tim. 3. Dry off the adhesive layer with dry, oil-free air for at least 5 s. 4. Light cure the adhesive layer for 10 s.
Scotchbond Universal Adhesive (SbU) 3M ESPE Seefeld, Germany	10-MDP phosphate monomer, Vitrebond Copolymer HEMA BISGMA, dimethacrylate resins Filler, silane, initiators Ethanol, water	1. Apply the adhesive with the applicator to the entire tooth surface and rub for 20 s. 2. Dry gently for about 5 s until it no longer moves and the solvent has evaporated completely. 3. Harden the adhesive with a curing light for 10 s.
All-Bond Universal (ABU) Bisco Schaumburg, USA	10-MDP phosphate monomer HEMA BISGMA Ethanol	1. Dispense 1-2 drops of ABU into a clean well. 2. Apply two separate coats, scrubbing the preparation with a microbrush for 10-15 s per coat. 3. Evaporate excess solvent by thoroughly air-drying for at least 10 s. Surface should have a uniform glossy appearance. 4. Light cure for 10 s.
Futurabond M (FbM) Voco Cuxhaven, Germany	Acidic adhesive monomer HEMA UDMA Ethanol, catalyst	1. Dispense 1 drop of FbM onto mixing palette. 2. Apply a moderately thin layer of the adhesive to the enamel/dentine with a suitable applicator and allow it to act for 20 s. 3. Dry the adhesive layer for at least 5 s. 4. Polymerize with blue light for 10 s.
Futurabond DC (FbDC) Voco Cuxhaven, Germany	Liquid 1: Acidic adhesive monomer HEMA BISGMA Liquid 2: Ethanol Initiator	1. Mix one drop of Liquids 1 and 2 on a mixing palette for approximately 2 s. 2. Apply the adhesive in a medium thickness layer and rub into the tooth surface for 20 s. 3. Dry the adhesive layer for at least 5 s. 4. Light cure for 10 s. NOTE: FbDC is dual-curing and therefore must be applied immediately after mixing.

Após incrementos de resina composta foram curados sob as superfícies de dentina e em seguida os espécimes foram submetidos a termociclagem. Todos os espécimes foram submetidos a teste de microtração e o resultado foi avaliado por microscópio óptico. Outro grupo foi preparado para a avaliação da capacidade de tingimento dos adesivos universais e foram examinadas no microscópio eletrônico de varredura.

Adhesive	Table 2 – Microtensile bond strength (MPa), number of valid samples and number of pre-testing failures (n/PTF).			
	Self-etch mode		Etch-and-rinse mode	
	24-h	After thermo-cycling	24-h	After thermo-cycling
Futurabond U	37.9 ± 14.0 ^{b,c,d} (104/5)	36.6 ± 18.7 ^{b,c,d} (41/39)	41.2 ± 10.7 ^{b,c,d} (66/2)	46.0 ± 12.9 ^{a,b,c} (21/0)
All Bond Universal	52.6 ± 12.7 ^a (35/0)	44.7 ± 12.7 ^{a,b,c} (30/0)	44.8 ± 10.8 ^{a,b} (26/1)	54.6 ± 11.7 ^a (25/0)
Scotchbond Universal	44.0 ± 21.9 ^{a,b,c} (35/0)	48.3 ± 13.85 ^{a,b,c} (18/0)	49.1 ± 11.1 ^{a,b,c} (48/0)	46.8 ± 15.1 ^{a,b,c} (65/1)
Futurabond M	36.7 ± 14.5 ^{c,d,e} (33/4)	26.1 ± 9.7 ^e (34/13)		
Futurabond DC	38.5 ± 14.8 ^{b,c,d} (28/7)	25.2 ± 9.2 ^{d,e} (22/11)		

Means followed by the same superscript letters are not statistically different (at $p < 0.05$). Valid samples number (n) corresponds to those samples included in the statistical analysis; i.e. excluding the PTF samples and those broken within dentine or with glue covering the binding site.

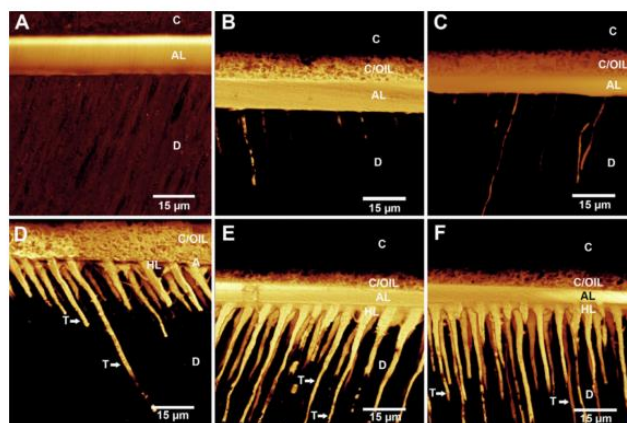


Fig. 1 – CLSM images of the universal adhesives interfaces: (A-C) correspond respectively to FbU, ABU and SbU in SE mode. (D-F) correspond to the same adhesives but in E&R mode. AL: adhesive layer; D: dentine; C: composite; OIL: oxygen inhibition layer; T: resin tags; HL: hybrid layer.

Os resultados mostraram que o modo Total Etch apresentou um desempenho ligeiramente melhor que o modo Self Etch no teste de microtração, mas as diferenças não foram significantes. Todos os espécimes no modo Total Etch apresentaram camadas híbridas mais espessas que no modo SelfEtch,

Assim, o modo Total Etch de aplicação nos adesivos universais melhora a sua penetração na dentina, mas não afeta sua adesão comparada ao modo Self Etch, tornando os adesivos universais confiáveis para trabalhar em diferentes condições clínicas.

(Bansal, Pandit, Srivastava, & Gugrani, 2010) avaliaram a sensibilidade técnica de aplicação de um adesivo dentinário e um estudo in vitro. Foram utilizados 60 molares decíduos. Os espécimes foram divididos em 3 grupos(n=20) e o adesivo AdperPrompt (3M, ESPE) foi aplicado por 15s das seguintes formas:

- Grupo I: com bolinha de algodão

- Grupo I: com microbrush
- Grupo III: com pincel da 3M

Os grupos foram divididos em 2 subgrupos:

- Subgrupo A: uma camada de adesivo
- Subgrupo B: 3 camadas de adesivo, sem cura entre as camadas

O compósito de resina foi incrementado sobre os espécimes e curados. Foi realizado o teste de cisalhamento.

Table 1: Shear bond strength (in MPa) of the main study groups

Particulars	Group I	Group II	Group III
Mean	22.55	21.90	23.30
Standard deviation	3.19	3.54	3.66

SBS, shear bond strength.

Table 2: Shear bond strength (in MPa) of the various subgroups

Shear bond strength	Subgroup IA	Subgroup IB	Subgroup IIA	Subgroup IIB	Subgroup IIIA	Subgroup IIIB
Mean	20.10	25.00	19.50	24.30	20.80	25.80
SD	2.25	1.75	2.74	2.49	2.49	2.86

SBS, shear bond strength; SD, standard deviation. Table 2 depicts that subgroups A showed a lower SBS value as compared with subgroups B of each group.

Os resultados mostraram que o grupo II demonstrou menores valores de resistência de união, enquanto o grupo III exibiu os maiores valores, mas não houve diferenças estatísticas. O subgrupo B teve melhores resultados que o subgrupo A, mas não houve diferenças grande intergrupos.

Assim, concluiu-se que o Adesivo Adper Prompt mostrou força de adesão adequada (17Mpa a 20Mpa), independente da técnica usada, mostrando que esse adesivo é menos sensível á tecnica. Múltiplas camadas de adesivo aumentaram a força de adesão, devido a infiltração aprimorada de monômero .

(Shinoda et al., 2011) avaliaram o efeito das características da smear layer na durabilidade da ligação dentinária de adesivos dentinários com ou sem hema. Foram utilizados 30 molares humanos em um estudo in vitro.

Adesivos autocondicionantes de 1 passo foram utilizados de acordo com a instrução do fabricante:

- Xeno (XN, Dentisplay, Alemanha): hema free
- G-Bond Plus (GB, GCcorp, Japan): hema free
- Clearfil S3 (S3, kuraray, Japan): com hema

Incrementos de resina foram construídos e polimerizados, os dentes foram seccionados e divididos em 3 grupos:

1. Armazenamento em água por 24h
2. Armazenamento em água por 6 meses
3. Armazenamento em água por 1 ano

Após, cada grupo foi testado em dispositivo de microtração e avaliados no microscópio eletrônico de varredura. Em outro grupo, para avaliar a nanoinfiltração as superfícies foram tratadas com os mesmos adesivos sem fotopolimerização, seguida de lavagem, as superfícies foram desidratadas, secadas e submersas em solução de prata amoniacal e as imagens foram avaliadas no microscópio.

Os resultados mostraram que as características da smearlayer afetaram a formação de nanoinfiltração de água nas camadas adesivas de XV e GB, o que contribuiu para a redução da força de tensão de microtração após 6 meses de armazenamento em água, enquanto que as características da smearlayer não afetaram a força de tensão de microtração de S3. Assim concluiu-se que independente das características da camada de smearlayer, o armazenamento em água reduziu a força de microtração de todos os adesivos e foi associado a um aumento de falhas na interface adesivo composto.

(Pongprueksa, De Munck, Inokoshi, & Van Meerbeek, 2018) em um estudo in vitro avaliaram o efeito e concentração de fotoiniciadores, grau de conversão e resistência adesiva. Foram utilizados cinco formulações adesivas

cedidas

pela

empresa

Kuraray,

Japan:

Table 1 - Composition of the experimental LUB adhesive derivatives that differ for the photoinitiator added in various concentrations and of Clearfil S³ Bond Plus (Kuraray Noritake).

Adhesive	Composition ^a	Initiators ^b
LUB-CQ/amine_high	15 wt% Bis-GMA, 30 wt% HEMA, 10 wt% MDP, 15 wt% TEGDMA, 10 wt%	2.0 wt% CQ, 2.0 wt% EDMAB
LUB-CQ/amine_low	colloidal silica, 15 wt% ethanol, 15 wt% water, stabilizers (minute amount)	0.35 wt% CQ, 0.35 wt% EDMAB
LUB-TPO_high		2.0 wt% TPO
LUB-TPO_low		0.35 wt% TPO
Clearfil S ³ Bond Plus ^b	15-35 wt% Bis-GMA, 10-35 wt% HEMA, MDP, hydrophilic aliphatic dimethacrylate, hydrophobic aliphatic methacrylate, colloidal silica, <0.1 wt% sodium fluoride, <20 wt% water ethanol	di-camphorquinone, accelerators, initiators

^a Abbreviations: Bis-GMA: bisphenol A glycidyl dimethacrylate; CQ: camphorquinone; EDMAB: ethyl 4-(dimethylamino)benzoate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate; MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate; TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate; TPO: diphenyl(2,4,6-trimethylbenzoyl)phosphine oxide.
^b Commercially available, precise composition not released by Kuraray Noritake (Lot: 00012A).

Foram utilizados 50 molares humanos. Cada adesivo foi aplicado ativamente, secado e polimerizado. Uma resina Filtek Z100 foi incrementada em camadas. A raiz foi removida 3mm abaixo da interface adesivo-dentina e um composto similar foi feito ao lado da raiz, utilizando o Clearfil SE Bond. Os espécimes foram submetidos a teste de microtração e o resultado foi avaliado no Microscópio Eletrônico de Varredura (MEV). Um outro grupo de terceiros molares também foram seccionados com disco e as formulações adesivas foram curadas para o teste de microtração e os espécimes foram avaliados no MEV e na espectroscopia. Cada espécime foi após 5min, 10 min, 1h, 24h e 1 semana de armazenamento em água. Os resultados mostraram que o grau de conversão foi maior na dentina do que no vidro. Todos os adesivos foram adequadamente polimerizados em 1 semana, com exceção do LUB-TPO baixo. O grau de conversão a 5 min foi significativamente maior para LUB-TPO alta do que para ambos os adesivos à base de CQ / amina. O maior e mais confiável teste de microtração foi medido para LUB-CQ / amina alta, apesar de seu grau de conversão de 5 min ser relativamente baixa. Nenhuma correlação entre grau de conversão e teste de microtração foi encontrada. Concluiu-se que a cura de adesivos à base de TPO é mais rápida, mas a cura escura dos adesivos contendo CQ / amina é mais eficiente. As diferenças nos perfis de cura afetam as propriedades mecânicas das interfaces resultantes na dentina.

(Azad, Atai, Zandi, Shokrollahi, & Solhi, 2018) realizaram estudo, cujo objetivo foi avaliar o efeito dos fotoiniciadores, a estrutura química dos monômeros e a incorporação de nanopartículas nas propriedades físicas e mecânicas de um adesivo.

Foram incorporadas diferentes concentrações de fotoiniciadores de canforoquinona-amina (CQ-A), butanodiona (BD) e fenilpropadiona (PPP). O BTDMA (monômero) contendo grupos carboxílico e nanopartículas de sílica inorgânica foi incorporada a um adesivo experimental. A medida da contração de polimerização foi utilizada para estudar o efeito do tipo e concentração do fotoiniciador e a estrutura química do monômero. As propriedades mecânicas de flexão foram efetuadas usando uma máquina de teste universal até a ruptura para avaliar o módulo de elasticidade. O teste de resistência adesiva foi efetuado por um teste de cisalhamento. Os resultados foram avaliados

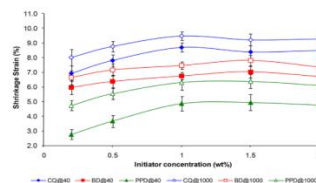


Fig. 1 – Shrinkage strain (%) at 40 s and 1000 s of the solvent-free base adhesive containing CQ-A, BD, and PPD with different concentrations.

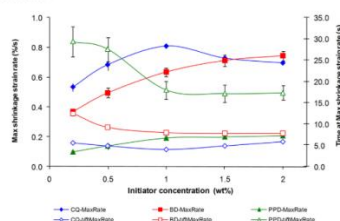


Fig. 2 – Maximum shrinkage strain rate and time at maximum shrinkage strain rate of the solvent-free adhesive containing CQ-A, BD, and PPD with different concentrations.

Table 2 – Flexural strength, flexural modulus, and microshear bond strength of adhesives containing different concentrations of BTDMA monomer.

BTDMA concentration (wt%)	Property		
	Flexural strength (MPa)	Flexural modulus (GPa)	Microshear bond strength (MPa)
0	85.6 (10.7) ^{1,a}	2.3 (0.2) ^b	20.5 (5.9) ^f
5	–	–	32.8 (3.5) ^d
10	82.0 (17.1) ^a	2.2 (0.2) ^b	34.8 (4.5) ^d
15	–	–	28.2 (4.8) ^{d,c}
20	90.3 (13.3) ^a	2.3 (0.2) ^b	26.7 (2.2) ^f
30	86.4 (17.1) ^a	2.2 (0.2) ^b	–
40	67.6 (16.5) ^a	2.0 (0.1) ^b	–

The same superscript letters indicate no significant difference between the groups ($p > 0.05$).
¹ The numbers in the parenthesis indicate the standard deviations.

Table 3 – Flexural strength and microshear bond strength of adhesives containing silanized silica nanoparticles in different concentrations.

Nano silica content (wt%)	Property	
	Flexural strength (MPa)	Microshear bond strength (MPa)
0	85.6 (10.7) ^{1,e}	20.5 (5.9) ^g
0.2	108.7 (4.2) ^f	30.4 (5.3) ^h
0.5	93.8 (4.5) ^e	29.9 (7.1) ^h
1	83.87 (5.6) ^e	25.9 (8.8) ^{g, h}
2	81.6 (5.4) ^e	21.9 (4.5) ^g
5	73.2 (10.3) ^e	–

The same superscript letters indicate no significant difference between the groups ($p > 0.05$).
¹ The numbers in the parenthesis indicate the standard deviations.

Na presença de BTDMA, a tensão de contração e a taxa de deformação da contração e a taxa de deformação de contração máxima em formulações baseadas em CQ diminuíram e o tempo na taxa de deformação de contração máxima aumentou significativamente nos adesivos a base de BD. Não houve diferença significativa na tensão de contração dos adesivos BD. Não foram observadas resistência à flexão e no módulo de flexão na presença de BTDMA. O PPD mostra a menor eficiência de polimerização. Houve um aumento na resistência de união do adesivo até 10% em peso de BTDMA. A resistência à flexão dos adesivos mostra um máximo em 0,2% em peso de carga. No teste de cisalhamento há um aumento na resistência de ligação do adesivo contendo 0,2% em peso de nanopartícula, o qual diminui gradativamente com o aumento do teor de carga.

Conclui-se que canforoquinona-amina, pode perder sua eficácia devido à possível desativação da amina na condição ácida. A butanodiona (BD) é uma alternativa eficaz ao sistema CQ-amina.

- O BTDMA, um monômero contendo funcionalidade de ácido carboxílico, confere maior resistência adesiva à dentina, ao mesmo tempo em que mantém as propriedades mecânicas e a conversão da polimerização.

-
A incorporação de nanopartículas de sílica silanizada no adesivo proporciona maior resistência à adesão e propriedades mecânicas em teores de carga muito baixos de 0,2-0,5% em peso.

(Saikaew, Matsumoto, Chowdhury, Carvalho, & Sano, 2018) avaliaram a aplicação de adesivos em tempo reduzido e suas consequências na resistência de união a longo prazo. Foram utilizados 66 molares humanos. 3 grupos experimentais foram criados:

1. Clearfil Universal Bond (CU)
2. ScotchBond Universl (SB)
3. G-Premio Bond (GB)

Um tempo reduzido abaixo das instruções do fabricante foram aplicadas os adesivos, fotopolimerizados e incrementados com resina composta. Após foram cortados em feixes e submetidos a testes de microtensão. O resultado foi avaliado no microscópio eletrônico de varredura. Um bastão de dentina por grupo foi selecionado após a análise do modo de fratura e posteriormente observado por microscopia eletrônica de transmissão (TEM). Seis discos dentinários adicionais foram preparados e acondicionados com cada adesivo sob o tempo de aplicação diferente para observar a interação da camada de smear com adesivo por MEV.

Os resultados mostraram que em geral foram observados maiores ITBS quando os adesivos foram aplicados de acordo com as intruções do fabricante para os períodos de 24h e 1 ano. Para as primeiras 24h, GB teve um resultado melhor com maior tempo de aplicação e o resultado se manteve após uma ano. O tempo de aplicação não afetou sigenifcativamente CU e SB após 24h. Após um ano de armazenamento houve diferença significativa do

tempo de aplicação tanto para GP e CU, mas não para SB.

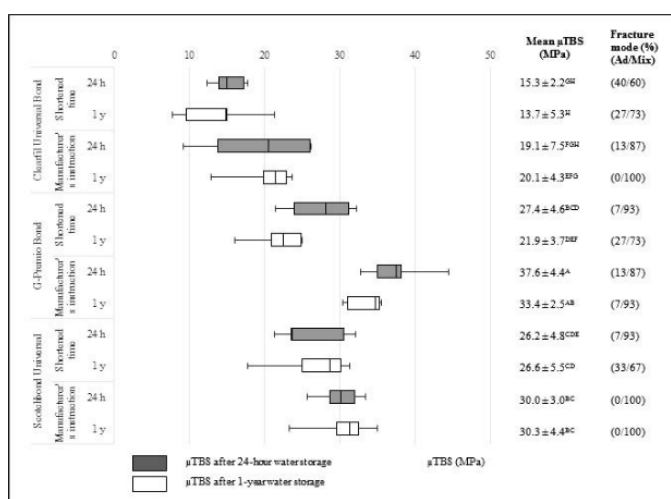


Figure 1. Box-whisker plots of the μ TBS to dentin and percentage of fracture mode. Different letters indicate statistically significant differences ($p < 0.05$). S = shortened application time; MI = manufacturer's instructions; Ad = adhesive failure; Mix = mixed failure.

Conclui-se que o tempo de aplicação reduzido causou uma redução significativa da força de adesão de alguns adesivos e, portanto, não é garantido. O armazenamento de água por 1 ano não afetou a força de adesão de nenhum dos adesivos à dentina cortada.

(Hanabusa et al., 2016) listaram o efeito de monômeros funcionais e fotoiniciadores no grau de conversão de diferentes adesivos. Foram utilizados neste estudo in vitro três formulações experimentais, contendo monômeros funcionais, com fotoiniciadores e uma formulação sem monômero funcional:

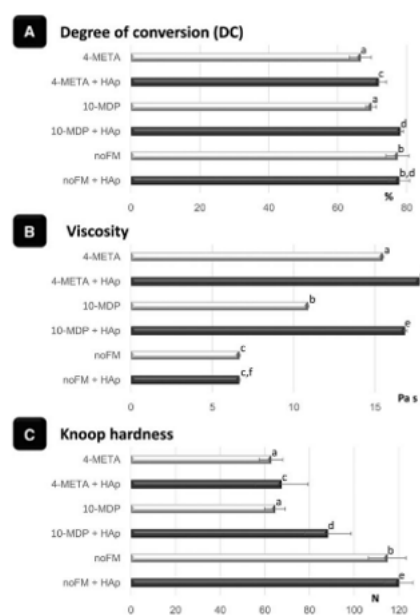
Table 1
Composition and pH of the experimental adhesive formulations tested, listed according to functional monomer

Adhesive	Functional monomer	Co-monomer	Photo-initiator	Stabilizer	Solvent	pH	pH '+HAP'
4-META	12wt% 4-META	14.4wt% BisGMA	0.65wt% CQ	0.1wt% BHT	40.9wt% acetone	2.2	2.2
10-MDP	12wt% 10-MDP	9.6wt% TEGDMA 12wt% HEMA	0.65wt% DMBE	0.1wt% HQME	9.6wt% water	1.7	1.7
noFM	–	19.2wt% BisGMA 12.8wt% TEGDMA 16wt% HEMA	0.65wt% CQ 0.65wt% DMBE	0.1wt% BHT 0.1wt% HQME	40.9wt% acetone 9.6wt% water	7.3	7.3

4-META, 4-methacryloxyethyltrimellitic acid anhydride; 10-MDP, 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; BHT, dibutylated hydroxytoluene; BisGMA, 2,2-Bis[3-methacryloyloxy-2-hydroxypropyloxy]phenylpropane; CQ, camphorquinone; DMBE, 4-dimethylaminobenzoic acid ethyl ester; HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; HQME, hydroquinone monomethyl ether; TEGDMA, triethylene glycol dimethacrylate; noFM, no functional monomer.

Todas as formulações foram submetidas a 4 medidas: grau de conversão, viscosidade, dureza Knoop e pH. Os dados foram avaliados por análise estatística. Houve um grau de conversão significativamente mais baixo na formulação adesiva contendo 4-META do que noFM, enquanto o grau de conversão foi maior na formulação contendo o 10-MDP, mas estatisticamente igual ao noFM. Quando a hidroxiapatita (HAp) foi adicionada,

o grau de conversão aumentou para ambas as formulações adesivas contendo um dos monômeros funcionais. A formulação sem monômero funcional permaneceu igual com a adição de hidroxiapatita. A viscosidade aumentou com a adição de hidroxiapatita em todas as formulações. A dureza de Knoop sem hidroxiapatita de noFM (sem monômero funcional) foi maior do que os adesivos contendo 4 META e 10-META. Com a hidroxiapatita, a dureza de Knoop foi maior com a formulação adesiva com 10-MDP. Não houve diferenças no pH entre as formulações adesivas com ou sem hidroxiapatita.



Em conclusão, este estudo confirmou que a função ácida dos monômeros tradicionais diminuem as DC dos adesivos CQ / curadores de amina; isso ocorreu em um grau diferente dependendo do tipo de monômero funcional, mas foi reduzido pela interação simultânea do monómero funcional com o HAP.

(Sezinando, 2014), em artigo de revisão de literatura, salientou os mecanismos básicos de ligação ao esmalte e dentina, a evolução dos sistemas adesivos e estratégias de adesão. O esmalte é um composto por uma estrutura cristalina, sólida e dura, a hidroxiapatita (HAp). A dentina é um composto biológico de HAp (50%) que envolve o colágeno (30%), intrinsecamente úmida (20%) em água. A dentina sofre alteração com a idade, podendo se tornar esclerótica, cariada e com a permeabilidade reduzida.

A camada de smearlayer é formada principalmente por HAp e colágeno desnaturado e permeável. Os sistemas adesivos interagem com a smearlayer, dissolvendo-a ou tornando-a permeável.

A estratégia Total etch, ou etchandrinse, consiste no condicionamento total de esmalte e dentina e é dividido em

- Adesivo Total etch de 3 passos: condicionamento, enxague, primer aplicado e secado, polimerização, aplicação de bond e polimerização.
- Adesivo Total etch de 2 passos: condicionamento e enxague, aplicação do primer e bond em um único frasco, secagem e polimerização

A adesão à dentina é mais desafiadora que a adesão ao esmalte. Com o ataque ácido, 50% do material é solubilizado (smearlayer e HAp superficial), extraído e substituído por água. A água submersa se liga à água da dentina, impedindo o colapso das fibras de colágeno.

Os adesivos total etch devem ser aplicados com técnica úmida, especialmente com adesivos à base de acetona. Tanto a secagem extrema, como a secagem insuficiente, diminuem a força de adesão, pois a primeira impede a re-expansão das fibras colágenas e a segunda dilui o adesivo. Adesivos de 3 passos para o sistema total etch apresentam melhor desempenho laboratorial que os adesivos de 2 passos do mesmo sistema.

Adesivos de 2 passos total etch se comportam como membrana semi-permeáveis após a polimerização, permitindo exsudação dentinária contínua. Quando a água residual é removida incompletamente do solvente, adicionada à água difusora da dentina, há a formação de watertree. A água reduz o grau de conversão de adesivos, resultando em polimerização ineficiente, diminuindo a resistência adesiva. Se o sistema adesivo for aplicado em condições extremas (overdry/overwet), mais espaços vazios serão formados na base da camada híbrida, que não pode ser totalmente infiltrada por resina, deixando um caminho para o fluxo de água extrínseca e intrínseca ao longo do tempo, chamado de nanoinfiltração, deixando a camada híbrida mais propensa à degradação eletrolítica.

A longevidade da adesão também é dependente do solvente. Idealmente, o solvente deve ser evaporado antes da polimerização para aumentar a proximidade das moléculas reagentes e evitar monômeros residuais. A acetona sozinha não é capaz de reexpandir as fibras de colágeno. Adesivos à base de etanol/água apresentam melhor desempenho adesivo.

Estratégias para melhorar o desempenho dos adesivos etch andrinse:

- Usar agentes de hidratação como o Hema em adesivos à base de acetona
- Agitação vigorosa do primer em sistemas de 3 passos para evitar a suspensão dos componentes
- Aumentar o tempo de aplicação para infiltração do primer
- Duplicar o número de camadas de solução adesiva.
- Os adesivos autocondicionantes foram desenvolvidos para superar os problemas associados à profundidade da dentina desmineralizada por ácido, com um método mais prático que necessitasse de menor sensibilidade técnica, reduzindo o tempo de aplicação.

Os adesivos Self etch são divididos em:

- Adesivos autocondicionantes de 2 passos: esmalte e dentina são simultaneamente condicionados com um primer autocondicionante ácido, polimerizado, seguido de aplicação de uma resina adesiva que deve ser polimerizada.
- Adesivos autocondicionantes de um passo: o primer ácido e a resina hidrófoba se juntam em uma solução que condiciona, prepara e infiltra o substrato antes da polimerização.

Em oposição aos adesivos Etch andrinse, a presença de água em sua composição torna os adesivos autocondicionantes menos suscetíveis a variação do grau de umidade. Eles são classificados de acordo com a sua acidez:

- Forte (pH 1) permite interação em profundidade no esmalte e dentina
- Intermediário: ($1 < \text{pH} < 2$) permite profundidade de interação de 1 a 2 micrômetros
- Leve (pH 2): permite profundidade de interação de 1 micrômetro
- Ultra-leve ($\text{pH} > 2,5$) : interações nanométricas

Os adesivos autocondicionantes são incapazes de condicionar o esmalte na mesma profundidade que o ácido fosfórico, portanto, Perdigão e Geraldini recomendam o condicionamento seletivo de ácido fosfórico no esmalte antes da aplicação do adesivo autocondicionante.

Nos adesivos autocondicionantes, como a camada de smearlayer é deixada parcialmente intacta, causa menos sensibilidade que os adesivos totaletch. Segundo Kenshine, se uma camada espessa de smearlayer está presente, uma camada híbrida estreita se forma, com baixa densidade de tags, diminuindo a capacidade adesiva.

De acordo com Yoshioka, adesivos autocondicionantes leves têm duas interações com a dentina.

- Interação micromecânica, devido a polimerização do monômero infiltrado
- Interação química, devido à ligação iônica entre os monômeros funcionais de sistemas adesivos e o cálcio da dentina residual de HAp.

O melhor desempenho adesivo foi apresentado pelo Clearfil SE (Kuraray) por 3 fatores:

- Por se autocondicionante leve, desmineraliza levemente a dentina, permitindo que a hidroxiapatita residual evolua e proteja as fibras colágenas
- Presença de monômero funcional 10-MDP, que se liga ao cálcio da HAp através de ligação química

- Adesivo de dois passos que melhora a taxa de conversão e as propriedades mecânicas

Quando os adesivos autocondicionantes de uma etapa são aplicados na dentina, a secagem pode não ser capaz de remover toda a água e solvente, comprometendo a polimerização do monômero e a adesão. Tay e cols. Relataram que os adesivos autocondicionantes de um passo se comportam como membrana semi-permeáveis após a polimerização, como nos adesivos etchadrinse de dois passos, permitindo que a água da dentina hidratada se cruzasse com a camada adesiva, formando bolhas na interface adesivo-resina e watertree.

Para melhorar a qualidade imediatamente de adesão dos adesivos autocondicionantes, são necessários:

- Aplicação de mais camadas que recomendadas pelo fabricante
- Aplicar vigorosamente o adesivo
- Aplicar um revestimento hidrofóbico, transformando-o em autocondicionante de 2 etapas

Os adesivos universais podem ser usados na forma total etch, self etch ou self etch com condicionamento seletivo de esmalte. O Scotchbond Universal (SBU, 3M) é o mais citado na literatura.

Quando o SBU é aplicado à dentina, as resistências adesivas não variam com as variações de umidade da dentina ou estratégia adesiva utilizada. A HAp residual é necessária para atingir a hibridização ótima, pois possui o 10-MDP e o polímero polialquenóico que se ligam ionicamente com o cálcio da HAp.

De acordo com Perdigão, o melhor resultado para o SBU está na forma self etch com condicionamento seletivo, pois sendo ultra-suave produz um condicionamento muito leve no esmalte. Os adesivos universais se comportem da mesma maneira que os autocondicionantes de uma etapa. As condições para melhorar seu desempenho são as mesmas.

Dessa forma conclui-se que de acordo com a literatura atual de adesão dentária, sistemas adesivos que incluem um revestimento de resina hidrofóbica são capazes de prevenir melhor a degradação da 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. Os adesivos autocondicionantes de duas etapas demonstraram que podem superar os adesivos padrão de ouro "etch-and-rinse".

(Carlos, Uningá, Guilherme, & Uningá, 2005), realizaram estudo com o objetivo de avaliar o efeito do clareamento dental sobre a resistência adesiva ao esmalte. Foram utilizados 30 molares divididos em 3 grupos

Tabela 1. Divisão dos Grupos.

Grupo	Tratamento clareador	Tratamento restaurador	Tempo do clareamento
1	Sem clareamento	Controle	Controle
2	Clareamento com P.H 35%	24 h	3 sessões/3 aplicações
3	Clareamento com P.H 35%	7 dias	3 sessões/3 aplicações

Entre as sessões de clareamento os grupos ficaram armazenados em saliva artificial. Os grupos receberam tratamento restaurador após 24h e 7 dias pós-clareamento e após esse período foram submetidos a testes de microcisalhamento. A resistência foi calculada pelo valor da carga indicada no momento da fratura.

Tabela 2. Estatísticas descritivas (quantidade, média (Mpa), desvio padrão, mínimo, máximo e resultado do teste de significância) para cada grupo observado.

GRUPOS	AMOSTRA	MÉDIA	DESVIO PADRÃO
G1	10	43,15 a	5,19
G2	10	22,87 c	3,76
G3	10	35,67 ab	4,64

Os resultados mostraram que o menor valor apresentado foi do grupo que realizou o procedimento restaurador 24h após o tratamento clareador (G2). O grupo que foi restaurado após 7 dias ao término do clareamento (G3) apresentou resultados próximos ao do esmalte clareado (G1).

(Gabrielle et al., 2016), em artigo de revisão de literatura avaliaram a evolução dos adesivos dentinários. De acordo com esses estudos, Buonocore et al, 1955 demonstrou que o condicionamento de ácido fosfórico aumentaram as forças de adesão.

- Nakabayashi, 1982 demonstrou que as resinas poderiam se infiltrar na dentina condicionada e formar uma estrutura composta por matriz de resina reforçada com fibras de colágeno. Esse composto foi denominado camada híbrida.
- De acordo com Pashley, D.H.; Horner, et al a substituição de água por monômeros nunca é ideal, resultando em monômeros residuais e infiltração incompleta de monômeros nas fibras colágenas.
- Lopes et al, 2002 afirma que o tempo de aplicação do agente condicionante sobre o tecido dentinário é em média de 10s a 15s enquanto que no esmalte é de 30s.
- Ainda de acordo com Pashley, componentes adesivos como o HEMA que são hidrofílicos asseguram a expansão das fibras colágenas. O etanol ou outros componentes isentos de água podem servir como iniciadores de desidratação. Outros componentes como o metacrilato podem inibir as metaloproteinases e aumentam a durabilidade de adesão.
- Tay et al, 2009 relata que se a água e solventes remanescentes form polimerizados junto com o adesivo acarreta na produção de materiais com propriedades mecânicas inferiores. De acordo com Yui, C. et al, 2005 a secagem deve ser realizada com um tempo clínico acima de 10s.
- De acordo com Reis, 2003, sistemas com solventes como a acetona e etanol necessitam da dentina maisúmida, porém o etanol permite que a

dentina esteja levemente mais seca, resultando em maior amplitude de unidade ideal.

- Di Hipólito, V. et al, 2012 relata que outros fatores como a variabilidade de dentina (superficial e profunda) e uso de materiais nanoparticulados podem influenciar na resistência adesiva.
- Boreschi, L et al, 2008 relata que há 3 tipos de sistemas adesivos: convencional. Autocondicionantes e universais. No sistema convencional, aplica-se o ácido fosfórico seguido de lavagem da face de união. A smear layer é removida e no esmalte há formação de microrretenções.
- Segundo Tay F. R.; Pashley, D.H, 2003 esse sistema convencional tem como desvantagem o aumento exagerado da permeabilidade da dentina, podendo gerar microinfiltração que pode causar sensibilidade pós –operatória.
- Os adesivos convencionais de 3 passos apresentam os maiores índices de força adesiva (Clavijo et al, 2013). Após o condicionamento ácido, realiza-se a aplicação do primer, composto pelo monômero hidrofílico (HEMA) que age preparando o substrato para receber o monômero hidrofóbico (Reis et al, 2007).
- Os adesivos convencionais de um único frasco, adicionados à água presente no substrato pode resultar em uma camada híbrida incompletamente infiltrada, tornando a mais suscetível à degradação hidrolítica e proteolítica (Spencer et al, 2000). No sistema adesivo de 2 passos, há um condicionamento ácido, seguido de lavagem, e no passo subsequente a aplicação do primer adesivo no mesmo frasco.
- De Munck et al, 2005 relata que no sistema adesivo autocondicionante não existe a etapa prévia de condicionamento ácido, a smear layer é mantida, o que a mantém pouco permeável.
- Esse sistema autocondicionante apresentam o primer ácido e solventes orgânicos que se infiltram nos tecidos dentais, além de monômeros resinosos de baixa viscosidade, hidrofóbicos (Carvalho et al, 2004). Apresentam como vantagem o controle de umidade dentinária, pois ao mesmo tempo que ocorre a desmineralização da

dentina também ocorre a difusão de monômeros, contribuindo para a redução da sensibilidade pós-operatória.

- Meerbeek et al, 2011 relatam que os sistemas autocondicionantes apresentam pH que pode variar de 0,3 até 2,5 e os mais ácidos produzem uma camada híbrida mais espessa.
- Sodie et al, 2013 afirmam que os sistemas autocondicionantes apresentam baixo índice de força adesiva ao esmalte, sendo recomendado um condicionamento seletivo de esmalte. O autor ácido é aplicado ainda relata que há sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos, onde o primer primeiramente seguido da aplicação do adesivo hidrófobo. São encontrados em frascos separados. Exemplo : Clearfill SE. Já os sistemas adesivos autocondicionantes apresentam primer e bond em um único frasco. Exemplo: Clearfill S3.
- Meerbeek, et al, 2011 afirma que os sistemas autocondicionantes possuem monômeros funcionais como o 4-meta, 10-meta, o Fenil-P, que interagem com os cristais de hidroxiapatita. Essa interação química torna a união mais resistente à biodegradação.
- O adesivo universal, entre eles , o Single Bond Universal (3M, ESPE), pode ser utilizado como um adesivo convencional, como um autocondicionante de um único passo ou como autocondicionante com condicionamento seletivo para esmalte. A sua química possibilita reidratação das fibras colágenas e formação da camada híbrida, mesmo com dentina ressecada.
- Conclui-se que é importante avaliar as vantagens e limitações de cada sistema; além de se considerar o sistema de uso e aplicação do adesivo, pois o uso inadequado afeta a longevidade e o pós-operatório do procedimento restaurador.

(Yoshihara et al., 2018) avaliaram a capacidade de condicionamento de monômeros funcionais. Foram utilizados neste estudo esmalte de 24 incisivos humanos extraídos. Foram preparadas soluções contendo monômeros, etanol e água. Os monômeros utilizados foram:

- 4-META
- Fenil-P
- MTEGP

- GPMD
- 6-MHP
- 10-MDP
- Controle: condicionamento com ácido fosfórico

Cada solução foi aplicada nos espécimes de esmalte, seguidas de secagem e lavagem. Esses espécimes foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura (MEV).

Para examinar a quantidade de depósito de sal de monômero-Ca no esmalte, os espécimes foram analisados por difração de raio X. A hidroxiapatita não tratada foi usada como controle.

Os resultados mostraram que as superfícies de esmalte não tratadas apresentavam arranhões e as superfícies tratadas com ácido fosfórico apresentavam buracos no formato de fechaduras. O Fenil-P mostrou contornos de esmalte com forte efeito de corrosão, enquanto o monômero 10-MDP mostrou deposição de substância que foi identificada como sal de 10-MDP-Ca. A maior concentração de Ca foi produzida pelo fenil-P e a menor concentração foi produzida pelo 4-META e 10-MDP. Apenas o 10-MDP formou sais de 10_MDP-Ca.

Conclui-se que a repetida maior eficácia de adesão de adesivos baseados em 10-MDP deve ser atribuída não somente à ligação química mais intensa do 10-MDP, mas também ao seu maior potencial de corrosão, uma combinação dos outros monômeros funcionais investigados.

(CHIARAPUTT et al., 2011) avaliaram os efeitos de enzimas exógenas na interface da resina-dentina. Em um estudo in vitro foram utilizadas dentes humanos extraídos e as superfícies padronizadas de dentina foram produzidas por uma serra diamante. Cada sistema adesivo foi aplicado em oito dentes, sendo que os adesivos foram:

- AdperSingle Bond 2 (SB)
- Clearfil SE Bond (SE)
- Clearfil 3S Bond (S3)
- G-Bond (G)

Um compósito de resina foi construído incrementalmente e polimerizados. Esses dentes foram seccionados e divididos em 4 grupos, armazenados diferentes:

- Água
- Solução de colagenase
- Solução de acetilcolagenase
- Grupo controle (sem armazenamento contínuo)

Após 3 meses foi realizado o teste de resistência à microtração . Após, os espécimes foram armazenados em solução de nitrato de prata para avaliar a nanoinfiltração. As imagens foram avaliadas no microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os resultados mostraram que nas primeiras 24h, SB, Se e S3 tiveram melhor resultado que G Bond. Entre SB, SE e S3 não houve diferenças estatísticas.

Table 2 The microtensile bond strength of tested groups (mean±SD) in MPa unit, n=15 for all tested groups

	Initial	Col	Ach	3m
SB	49.19±15.06 ^{a,b}	20.75±14.04 ^{c,f}	25.29±13.57 ^{c,f}	36.98±12.02 ^{c,h}
SE	49.52±14.98 ^{a,d}	27.39±10.54 ^{c,d}	25.55±17.95 ^{c,d}	38.88±20.70 ^{a,d}
S3	39.33±11.95 ^{a,e}	22.14±12.98 ^{c,e}	19.82±11.09 ^{a,e}	36.71±12.40 ^{a,e}
G	29.31±6.46 ^b	23.37±8.33 ^{b,c}	20.84±8.02 ^{b,c}	29.15±12.18 ^{b,c}

The superscript indicates the statistical interactions between groups. Same superscript letters indicate no statistically significant differences ($p \geq 0.05$).

No grupo SB, a força de união no SB/inicial foi maior que que nos demais grupos SB/col, SB/Ach e 3 meses, assim como o SE, eS3. O grupo G Bond teve melhor resultado no G/inicial que no G/col e G/Ach, mas não houve diferença estatística em relação aos G/3meses.

As micrografias mostraram que no grupo SB houve evidências de nanoinfiltração em algumas áreas e a espessura de camada híbrida foi de 4 a 6 micrômetros. Na interface SB/col houve grande quantidade de nanoinfiltração.

No grupo SE ocorreu nanoinfiltração no fundo da camada híbrida e a espessura da camada híbrida foi de 1 a 2 micrômetros. A interface SE/col mostrou uma camada híbrida com muita nanoinfiltração. Na interface

SE/Ach foi observada uma espessura de camada híbrida de 1 a 3 micrômetros com nanoinfiltração semelhante ao SE/col.

No grupo S3, a nanoinfiltração esteve em toda a camada híbrida (1 micrômetro de espessura), A interface S3/col tinha o mesmo padrão de nanoinfiltração que o S3 inicial, com presença de watertree. No grupo SE/Ach foi encontrada nanoinfiltração ao longo da camada híbrida e adesiva.

No grupo G foi encontrada nanoinfiltração dentro da camada híbrida (espessura de 1 micrômetro). No grupo G/col houve nanoinfiltração em toda a camada híbrida e adesiva, com presença de watertree. No grupo G/Ach houve nanoinfiltração dentro da camada híbrida e adesiva.

Conclui-se que as enzimas utilizadas neste estudo podem afetar as interfaces de ligação dos adesivos testados. Os padrões de nanoinfiltração de adesivos autocondicionantes all-in-one (Clearfiltri-S Bond e G-Bond) foram diferentes do autocondicionante de duas etapas (Clearfil SE Bond) e etch-and-enxaguar (Adper Single Bond 2) adesivos. Esse estudo ainda demonstrou a biodegradação da interface adesiva em 3 meses de armazenamento em água.

(Suzuki et al., 2016) avaliaram a durabilidade de 3 adesivos universais em diferentes modos de aplicação. Foram utilizados molares humanos extraídos e aplicação dos seguintes adesivos:

Code	Adhesive (Lot No.)	Main Components	Manufacturer
SU	Scotchbond Universal (41256)	MDP, HEMA, dimethacrylate resins, Vitrebond copolymer, filler, ethanol, water, initiators, silane	3M ESPE, St Paul, MN, USA
PE	Prime & Bond Elect (140710)	Dipentaerythritol pentaacrylate monophosphate, polymerizable dimethacrylate resin, polymerizable trimethacrylate resin, diketone, organic phosphine oxide, stabilizers, cetylamine hydrofluoride, acetone, water	Dentsply Caulk Milford, DE, USA
AU	All-Bond Universal (1300008503)	MDP, bis-GMA, HEMA, ethanol, water, initiators	Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA
SP	Clearfil S ³ Bond Plus (4G0011)	MDP, bis-GMA, HEMA, ethanol, water, filler, CQ	Kuraray Noritake Dental Tokyo, Japan
Pre-etching Agent			
	Ultra-Etch (G017)	35% phosphoric acid	Ultradent Products, Inc, South Jordan, UT, USA
Resin composite			
	Z100 Restorative (N416713)	Bis-GMA, TEGDMA, silane treated ceramic, 2-benzotriazolyl-4-methylphenol catalysts, accelerators, CQ, pigments, others, zirconia/silica, 0.01-3.5 µm. Filler Load: 84.5% weight, 66% volume	3M ESPE, St Paul, MN, USA
<small>Abbreviations: Bis-GMA, 2,2-bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloyloxy propoxy) phenyl] propane; CQ, di-camphorquinone; HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; MDP, 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; TEGDMA, triethyleneglycol dimethacrylate.</small>			

O Ultra Etch foi utilizado como condicionador e uma resina Z-100 foi usada como material restaurador. As superfícies de esmalte foram

padronizadas e os procedimentos adesivos e restaurados foram realizados. Como controle. O adesivo Clearfil S3 (autocondicionante de único passo) foi utilizado como controle. A resistência ao cisalhamento (SBS) e a resistência à fadiga ao cisalhamento (SFS) do esmalte foram avaliados no modo Total Etch e no modo autocondicionante. Um anel de aço foi apoiado na superfície do esmalte para uní-lo à resina. Para o teste de SFS foi usado a frequência de 10Hz e ciclagem até a falha. As imagens foram avaliadas no MEV. Para o teste de cisalhamento (SBS) foi utilizado a análise de variância.

Table 3: Influence of Etching Mode on SBS in MPa (SD)^a

Adhesive	Total-etch Mode	Self-etch Mode
SU	46.4 (5.4) ^{aa}	27.7 (3.8) ^{bb}
PE	42.6 (5.2) ^{aa}	28.8 (5.3) ^{bb}
AU	42.1 (4.9) ^{aa}	24.1 (2.4) ^{cb}
SP	43.5 (5.5) ^{aa}	27.5 (2.3) ^{bb}

Abbreviations: AU, All-Bond Universal light-cured dental adhesive; PE, Prime&Bond Elect universal dental adhesive; SBS, shear bond strength; SFS, shear fatigue strength; SP, Clearfil S³ Bond Plus; SU, Scotchbond Universal.
^a Same lowercase letter in vertical columns indicates no difference at 5% significance level. Same capital letter in horizontal rows indicates no difference at 5% significance level.

A análise revelou que o modo Total etch influenciou significativamente os valores de resistência enquanto o sistema adesivo não. Todos os adesivos mostraram valores mais altos de SBS no modo total etch que no modo autocondicionante.

Table 4: Influence of Etching Mode on SFS (MPa) and Ratio of SFS/SBS^a

Adhesive	Total-etch Mode	Self-etch Mode	Ratio SFS:SBS	
			Total-etch Mode	Self-etch Mode
SU	22.3 (4.6) ^{aa}	12.8 (1.6) ^{bb}	0.480	0.462
PE	21.0 (4.8) ^{aa}	10.7 (1.2) ^{bb}	0.493	0.372
AU	21.6 (2.2) ^{aa}	10.0 (2.2) ^{bb}	0.513	0.415
SP	22.4 (4.0) ^{aa}	12.3 (3.5) ^{bb}	0.515	0.447

Abbreviations: AU, All-Bond Universal light-cured dental adhesive; PE, Prime&Bond Elect universal dental adhesive; SBS, shear bond strength; SFS, shear fatigue strength; SP, Clearfil S³ Bond Plus; SU, Scotchbond Universal.
^a Same lowercase letter in vertical columns indicates no difference at 5% significance level. Same capital letter in horizontal rows indicates no difference at 5% significance level.

Para o SFS não houve diferença significativa entre os adesivos testados, mas os grupos de condicionamento total mostrara resultados mais altos que os grupos de autocondicionamento.

Conclui-se que todos os adesivos testados mostraram significativamente valores no modo de gravação total do que no modo autocondicionante. Portanto, para adesivos universais, o modo de ataque total tem um efeito positivo na durabilidade do adesivo esmaltado, como na geração anterior de adesivos de etapa única.

(Fu et al., 2017) avaliaram a influência do tempo de secagem dos adesivos na resistência adesiva. Foram utilizados neste estudo 100 molares extraídos. Foram criados 4 grupos. As superfícies planas de dentina foram obtidas por meio de corte. Foram utilizados cinco sistemas adesivos all in one:

- All Bond Universal (ABU)
- Clearfil Universal TM (CUB)
- G-Prêmio Bond (GPB)
- OptiBondAll-in-One (OBA)
- ScotchBond Universal (SBU)

Somente o OBA não continha 10-MDP e foi selecionado como controle.

Os procedimentos adesivos e restauradores foram realizados de acordo com a instrução do fabricante, exceto a duração de secagem do adesivo. A superfície de dentina após a aplicação foi secada com tempos diferentes, nos grupos de 0s, 5s, 15s e 30s e depois fotopolimerizados. Todos os espécimes foram secados com pressão de 0,25 Mpa e a cabeça da seringa foi ajustada a 15mm de distância. Todos os adesivos foram utilizados como autocondicionantes. Após essa etapa os espécimes foram seccionados e foi realizado o teste de microtração (TBS) que foi calculado em Mpa. Os modos de fratura foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura.

Os resultados mostraram que o aumento no tempo de secagem de 0s para 15s resultou em um maior TBS para todos os 5 sistemas avaliados e o menor desempenho foi com 0s. Na secagem de 30s observou-se um aumento no GPB e ligeira diminuição nos outros sistemas. A força de adesão de OBA nos grupos de 15s e 30s foi maior que dos outros adesivos.

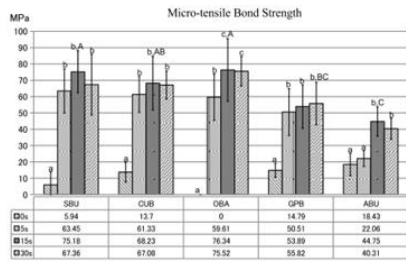


Fig. 1 - Bond strength of five adhesives according to different air-blowing durations. Values are Mean (SD) in MPa. The same small and capital letters revealed no statistically differences (Games-Howell, $p > 0.05$). The same capital letter in maximum value of each system indicates that there is no statistical difference (Games-Howell, $p > 0.05$). The μ TBS of specimen that failed before testing was set as 0MPa.

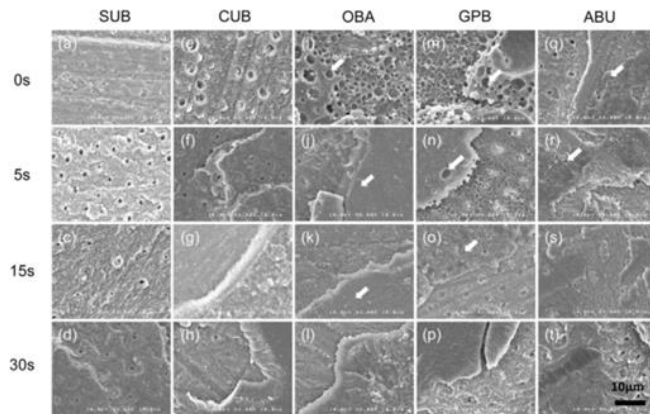


Fig. 3 - SEM analysis of fractured surfaces after μ TBS testing.

Um grande número de vazios dentro da camada adesiva foi observado dentro da camada adesiva nas amostras sem secagem de OBA e GPB em comparação a ABU no grupo de 5s. Com a secagem mais prolongada a quantidade de bolhas diminuiu na camada adesiva.

Concluiu-se que a resistência de união dos atuais sistemas adesivos de um passo é dependente do material e pode ser significativamente influenciada pela duração do sopro de ar e a força de ligação relativamente mais alta pode ser obtida em 15 segundos de duração do sopro de ar.

(Tsuchiya et al., 2016) avaliaram o efeito de um monômero funcional (MDP) na longevidade de adesivos autocondicionantes. Neste estudo in vitro foram utilizados dois adesivos: o Clearfil Bond SE One (Kuraray, Japan), autocondicionante de uma etapa com MDP e outro adesivo sem MDP fornecido pela Kuraray. Espécimes também preparados com o SE sem pré-condicionamento de esmalte também foram utilizados como controle para elucidar os efeitos do MDP.

Application protocol for pre-etching and self-etching adhesives

Method code	Pre-etching protocol
w	Enamel surface was conditioned with phosphoric acid for 15 s Conditioned surface was rinsed with water for 15 s (three-way dental syringe) and air-dried
w/o	Phosphoric acid pre-etching was not performed
Adhesive	Adhesive application protocol
SE and MF	Adhesive was applied to the air-dried tooth surface for 10 s, followed by medium air pressure for 5 s Adhesive was light-cured for 10 s

MF, MDP-free experimental adhesive; SE, Clearfil Bond SE ONE.

Foram utilizados molares humanos extraídos. As raízes foram removidas e estruturas padronizadas de esmalte foram obtidas, moídas e aplicadas sobre uma placa acrílica. Os procedimentos de condicionamento ácido, adesivos e restauradores foram efetuados. Os espécimes foram submetidos a ensaios de resistência de união ao cisalhamento (SBS) e resistência à fadiga por cisalhamento (SFS). Todos os espécimes foram revestidos por uma fina camada de ouro em um vapor e armazenados em água por um período de 24h, 6 meses e 1 ano e os resultados foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura em cada período.

Os resultados mostraram que embora os valores similares de SBS e SFS foram obtidos para SE com pré-condicionamento e para MF após 24 h de armazenamento em água destilada, SE com pré-condicionamento apresentou valores mais altos de SBS e SFS que MF após armazenamento em água por 6 meses ou 1 ano. Independentemente do procedimento de pré-condicionamento, o SE apresentou maiores valores de SBS e SFS após 6 meses de armazenamento em água destilada do que após 24 horas ou 1 ano.

Influence of long-term water storage on shear bond strength (SBS)

Period of water storage	SE		MF w
	w	w/o	
24 h	41.8 (6.6) ^{cA}	24.2 (3.3) ^{cB}	37.5 (4.9) ^{aA}
6 months	52.8 (4.9) ^{aA}	39.1 (3.1) ^{aB}	39.4 (5.0) ^{aB}
1 yr	48.4 (5.0) ^{bA}	30.4 (5.5) ^{bC}	37.2 (4.8) ^{aB}

Values are given as mean (SD), in MPa.

The same lower-case letter in a column indicates no significant difference at a 5% level of significance.

The same upper-case letter in a row indicates no significant difference at a 5% level of significance.

MF, MDP-free experimental adhesive; SE, Clearfil Bond SE ONE; w, with phosphoric acid pre-etching; w/o, without pre-etching.

Influence of long-term water storage on shear fatigue strength (SFS) and the SFS/SBS ratio

Period of water storage	SE (MPa)		MF (MPa) w	SFS/SBS ratio		
	w	w/o		SE		MF w
				w	w/o	
24 h	18.3 (4.3) ^{bA}	9.2 (0.8) ^{bB}	17.1 (3.5) ^{aA}	0.438	0.380	0.456
6 months	26.1 (3.1) ^{aA}	16.4 (3.8) ^{aB}	16.3 (2.9) ^{aB}	0.494	0.419	0.414
1 yr	23.6 (2.8) ^{bA}	12.3 (4.0) ^{bB}	16.0 (5.6) ^{aB}	0.488	0.405	0.430

The same lower-case letter in a column indicates no significant difference at the 5% level.

The same upper-case letter in a row indicates no significant difference at the 5% level.

MF, MDS-free experimental adhesive; SBS, shear bond strength; SE, Clearfil Bond SE ONE; w, with phosphoric acid pre-etching; w/o, without pre-etching.

Concluiu-se que , o MDP pode desempenhar um papel importante no aumento não só da resistência de união, mas também da durabilidade do adesivo em relação à carga subcrítica repetida após o armazenamento a longo prazo da água.

(Makishi, André, Ayres, Martins, & Giannini, 2016) realizaram estudo com o objetivo de investigar a resistência adesiva e a nanoinfiltração de adesivos universais. Foram utilizados 84 molares humanos. Todas as amostras de esmalte foram pré-condicionadas com ácido fosfórico a 35% por 15s, enxaguadas, secadas e os adesivos foram aplicados. Os espécimes foram divididos em 3 grupos:

- All Bond Universal (ABU)
- Scotchbond Universal (SBU)
- Clearfil SE Bond (CSEB)

Um grupo adicional foi condicionado no esmalte:

- Adper Scotchbond Multi-Purpose Bond (ASMP)

Todos os espécimes foram restaurados com 2 mm de incremento e foram feitos os testes de Microtração (MBTS) e Nanoinfiltração, com análise em microscópio eletrônico de varredura.

Material	Dentin Substrate		Etched Enamel Substrate	
	After 24 h Water Storage	After One y Water Storage	After 24 h Water Storage	After One y Water Storage
All-Bond Universal (ABU)	39.9 (11.9) A, a	25.1 (13.2) A, b	40.8 (5.9) A, c	30.7 (9.4) A, d
Scotchbond Universal (SBU)	63.1 (8.2) B, a*	45.9 (8.4) B, b**	40.7 (13.0) A, c*	28.4 (10.8) A, d**
Clearfil SE Bond (CSEB)	63.4 (9.2) B, a	44.1 (4.2) B, b**	59.7 (13.8) B, c	27.1 (5.7) A, d**
Adper Scotchbond Multi-Purpose Bond (ASMP Bond)	N/A	N/A	40.4 (7.7) A, a	24.4 (6.5) A, b

Abbreviation: N/A: Not applicable (because ASMP Bond was tested only on etched enamel substrate).
 * Data are presented as the mean (standard deviation) in megapascals (MPa; n = 10 teeth). Identical capital letters in a column indicate the absence of any statistically significant difference. Identical lowercased letters in a row within the same substrate between after 24 h and one y water storage indicate the absence of any statistically significant difference. Comparisons within the same material and storage period between different substrates, and marked with one asterisk for 24 h and two asterisks for one y water storage are statistically significant. (analysis of variance and Bonferroni post hoc test; significance at p<0.05).

Os resultados mostraram que houve redução no teste de MTBS após 1 ano de armazenamento para ambos os substratos. Nas primeiras 24h para a dentina, CSEB e SBU apresentaram maiores valores que ABU. Para o esmalte condicionado, o CSEB apresentou maiores valores de resistência após 24h e nenhuma diferença foi observada entre ABU, SBU, ASMP. Após 1 ano de armazenamento para o substrato esmalte, o ABU, SBU e CSEB tiveram resultados ligeiramente melhores que o ASMP.

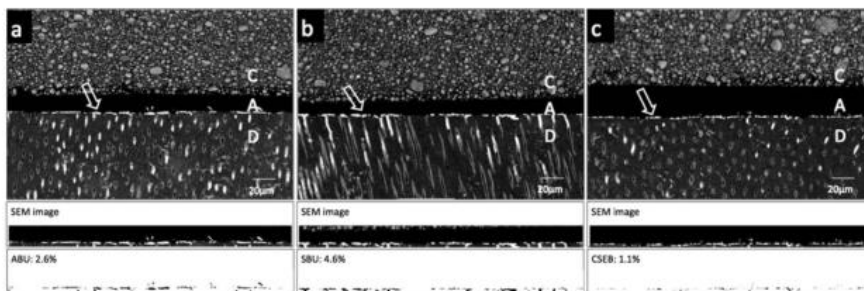


Figure 3. Representative back-scattered SEM micrographs of nanoleakage at the adhesive/dentin interface in (a): ABU; (b): SBU; (c): CSEB, after 10,000 thermocycles. Spotted silver patterns can be visualized in all the adhesives (arrow). Percentage (%) distribution of metallic silver particles at the selected interface of the SEM image was calculated by the digital image analysis software; the results are indicated on each image. Abbreviations: C, composite resin; A, adhesive; D, dentin.

Para o teste de nanoinfiltração, partículas de prata foram detectadas dentro da interface adesivo/dentina para todas as amostras testadas. O CSEB apresentou o melhor resultado que o SBU e ABU.

Conclui-se que a curto prazo, os valores de MTBS foram dependentes de material e substrato dentário. Após o envelhecimento, foi observada uma diminuição na eficácia da colagem em todos os materiais, com nano-

vazamento na interface adesivo / dentina. A ligação dos autocondicionantes foi igual ou inferior à dos sistemas restauradores convencionais quando aplicada a qualquer substrato e após o período de armazenamento.

(Nagura et al., 2018) investigaram a longevidade e a resistência adesiva ao esmalte e as características de energia livre da superfície com adesivos universais.

Cinco adesivos foram utilizados:

- Adhese Universal (AU)
- All Bond Universal (AB)
- Clerfil Universal Bond Quick (CU)
- Scotchbond Universal (SU)

Foram utilizados 450 molares humanos extraídos. Metade dos espécimes receberam o condicionamento ácido prévio e metade não. Todas as amostras receberam os procedimentos adesivos de acordo com as instruções do fabricante e após os procedimentos restauradores. 40 amostras foram submetidas à testes de cisalhamento, testes de resistência à fadiga por cisalhamento e 20 espécimes foram preparados para testes de energia livre. Os resultados foram avaliados no microscópio eletrônico de varredura.

Os resultados mostraram que a resistência inicial ao cisalhamento e a resistência à fadiga ao cisalhamento do adesivo universal para o esmalte pré-condicionados foram maiores do que para o esmalte moído. A resistência inicial ao cisalhamento e a resistência à fadiga ao cisalhamento do adesivo universal ao esmalte pré-condicionados foram dependentes do material, diferentemente daqueles do esmalte moído.

Initial shear bond strength (MPa) of universal adhesives to enamel, with and without phosphoric acid pre-etching

Adhesive	Pre-etching group	Self-etching group	Percentage increase
AU	36.1 (3.7) ^{a,A}	26.0 (3.9) ^{a,B}	39
AB	38.9 (3.6) ^{a,A}	27.1 (3.0) ^{a,B}	44
CU	37.9 (3.9) ^{a,A}	26.5 (2.8) ^{a,B}	43
GP	42.4 (5.5) ^{b,A}	26.0 (2.9) ^{a,B}	63
SU	44.3 (4.8) ^{b,A}	27.4 (2.9) ^{a,B}	62

AB, All-Bond Universal; AU, Adhese Universal; CU, Clearfil Universal Bond Quick; GP, G-Premio Bond; SU, Scotchbond Universal Adhesive.

Values are given as mean (SD).

The same lower-case letter in a column indicates no significant difference between adhesives ($P > 0.05$). The same capital letter within a row indicates no significant difference between pre-etching and self-etching ($P > 0.05$).

Shear fatigue strength (MPa) of universal adhesives to enamel, with and without phosphoric acid pre-etching

Adhesive	Pre-etching group	Self-etching group	Percentage increase
AU	17.8 (2.5) ^{a,A}	13.4 (2.7) ^{a,B}	33
AB	19.0 (3.6) ^{a,A}	14.3 (3.0) ^{a,B}	33
CU	18.5 (2.0) ^{a,A}	13.6 (2.8) ^{a,B}	36
GP	21.0 (2.2) ^{b,A}	13.7 (3.1) ^{a,B}	53
SU	22.0 (3.1) ^{b,A}	14.8 (3.5) ^{a,B}	49

AB, All-Bond Universal; AU, Adhese Universal; CU, Clearfil Universal Bond Quick; GP, G-Premio Bond; SU, Scotchbond Universal Adhesive.

Values are given as mean (SD).

The same lower-case letter in a column indicates no significant difference ($P > 0.05$). The same capital letter within a row indicates no significant difference ($P > 0.05$).

As características de energia livre da superfície do esmalte tratado com adesivos universais foram influenciadas pelo tipo de adesivo, independentemente da presença ou ausência de pré-condicionamento. As características de energia livre de superfície do esmalte tratado com adesivos universais foram relacionadas aos resultados da durabilidade da fadiga de união.

(Takamizawa et al., 2017), avaliaram a influência de diferentes camadas de smearlayer sobre a durabilidade de sistemas autocondicionantes. Foram utilizados neste estudo molares humanos extraídos. Foram utilizados os seguintes adesivos autocondicionantes:

- Scotchbond Universal (SU) : adesivo universal
- Prime & Bond Elect (PE): adesivo universal
- G-Bond (GB): autocondicionante de 1 etapa
- OptiBond XRT (OX): autocondicionante de 2 etapas
- Clearfil SE Bond (SE): autocondicionante de 2 etapas

Três grupos de smearlayer com diferentes características e espessuras foram criados:

- #180 SIC
- #600 SIC
- #4000 SIC

Os espécimes receberam os procedimentos adesivos e restauradores e foram submetidos a testes de resistência ao cisalhamento (SBS) e resistência à fadiga por cisalhamento (SFS). As amostras foram avaliadas no microscópio eletrônico de varredura.

Os resultados demonstraram que os adesivos autocondicionantes de dois passos mostraram valores de SFS significativamente mais altos do que os adesivos autocondicionantes de passo único, independentemente da condição ou substrato da camada de smear. Embora a maioria dos adesivos testados não apresente diferenças significativas nos valores de SFS do esmalte entre os grupos de smear layer, o SU, GB e SE mostraram valores SFS significativamente menores nos grupos # 180 em dentina do que nos grupos # 600 e # 4000.

Table 3 – Influence of surface condition on enamel SBS of self-etch adhesives (MPa).

	#180	#600	#4000
SU	31.7 (4.5) ^{bcA}	31.4 (4.1) ^{bcA}	34.8 (4.6) ^{ba}
PE	27.0 (4.4) ^{cA}	28.5 (5.9) ^{cA}	29.1 (4.8) ^{cA}
GB	35.2 (4.7) ^{ba}	35.4 (6.1) ^{ba}	35.8 (5.4) ^{ba}
OX	35.4 (5.9) ^{ba}	35.6 (3.3) ^{ba}	38.7 (4.4) ^{abA}
SE	42.4 (4.1) ^{aA}	41.4 (5.0) ^{aA}	43.5 (4.8) ^{aA}

Same small case letters in vertical columns indicate no significant differences; $p > 0.05$.
Same capital letters in horizontal rows indicate no significant differences; $p > 0.05$.

Table 4 – Influence of surface condition on enamel SFS and SFS/SBS ratio of self-etch adhesives (MPa).

	#180		#600		#4000	
	SFS	SFS/SBS ratio	SFS	SFS/SBS ratio	SFS	SFS/SBS ratio
SU	14.6 (1.1) ^{ba}	0.46	13.8 (1.8) ^{ba}	0.44	14.6 (1.7) ^{ba}	0.42
PE	13.9 (1.8) ^{ba}	0.51	14.0 (1.9) ^{ba}	0.51	14.1 (2.0) ^{ba}	0.51
GB	14.4 (1.3) ^{ba}	0.41	16.1 (2.0) ^{baB}	0.49	16.5 (1.6) ^{baB}	0.48
OX	18.4 (2.1) ^{aA}	0.52	19.2 (2.1) ^{aA}	0.54	20.3 (1.3) ^{aA}	0.53
SE	19.4 (2.9) ^{aA}	0.46	22.0 (3.4) ^{aA}	0.53	22.7 (3.5) ^{aA}	0.52

Same small case letters in vertical columns indicate no significant differences; $p > 0.05$.
Same capital letters in horizontal rows indicate no significant differences; $p > 0.05$.

Table 5 – Influence of surface condition on dentin SBS of self-etch adhesives (MPa).

	#180	#600	#4000
SU	37.2 (4.7) ^{cA}	41.8 (3.3) ^{bB}	43.1 (4.8) ^{bB}
PE	26.7 (4.9) ^{dA}	27.1 (5.1) ^{cA}	29.0 (3.4) ^{cA}
GB	30.3 (4.7) ^{dA}	30.9 (3.7) ^{cA}	31.3 (5.0) ^{cA}
OX	43.9 (4.4) ^{bA}	44.8 (5.8) ^{bA}	48.5 (5.4) ^{aA}
SE	48.8 (4.0) ^{aA}	50.3 (6.0) ^{aA}	48.9 (5.8) ^{aA}

Same small case letters in vertical columns indicate no significant differences; $p > 0.05$.

Same capital letters in horizontal rows indicate no significant differences; $p > 0.05$.

Table 6 – Influence of surface condition on dentin SFS and SFS/SBS ratio of self-etch adhesives (MPa).

	#180		#600		#4000	
	SFS	SFS/SBS ratio	SFS	SFS/SBS ratio	SFS	SFS/SBS ratio
SU	16.0 (1.2) ^{bA}	0.44	18.1 (1.7) ^{bB}	0.43	19.9 (2.5) ^{bB}	0.46
PE	12.5 (2.0) ^{dA}	0.47	12.1 (2.8) ^{cA}	0.45	12.5 (2.0) ^{cA}	0.43
GB	14.6 (1.6) ^{cA}	0.48	17.5 (2.2) ^{bB}	0.57	17.9 (2.1) ^{bB}	0.57
OX	25.0 (1.5) ^{aA}	0.57	26.5 (2.9) ^{aA}	0.59	26.3 (2.6) ^{aA}	0.54
SE	22.5 (4.2) ^{aA}	0.46	29.0 (2.4) ^{bB}	0.58	28.9 (3.2) ^{bB}	0.59

Same small case letters in vertical columns indicate no significant differences; $p > 0.05$.

Same capital letters in horizontal rows indicate no significant differences; $p > 0.05$.

Concluiu-se que a influência das diferentes condições da camada de smear layer na durabilidade do adesivo foi dependente do adesivo. Além disso, as camadas geradas em diferentes substratos também influenciaram a resistência adesiva.

Discussão

A resistência adesiva e sua longevidade são afetadas por diversos fatores:

- **Isolamento**

O estudo de Koppollu evidenciou que a contaminação por saliva e sangue diminuiu a resistência de união de todos os adesivos. De acordo com o autor, o sangue cria uma barreira mecânica maior que a saliva devido a quantidade maior de componentes inorgânicos e orgânicos. A contaminação sanguínea após a polimerização causou maior redução na resistência de união quando comparada a contaminação antes da polimerização, pois a secagem pós-polimerização pode criar uma barreira entre o adesivo e a restauração.

- **Condicionamento**

De acordo com Sezinandoet al, 2016, em artigo de revisão de literatura, o condicionamento ácido aumenta as forças de adesão.

Esse fundamento foi estudado por Buonocore, 1955, onde segundo o autor, a adesão é aumentada com o condicionamento ácido devido a um aumento da área da superfície e a exposição da estrutura orgânica do esmalte, que serve como uma rede no qual o acrílico possa aderir e a formação de uma nova superfície devido a precipitação de novos substratos.

Essa conclusão foi reforçada por Tsujimotoet al, que afirma no seu estudo que testes com adesivos universais. Os estudos de Suzuki et al também corroboram com os estudos de Buonocore e Tsujimoto; onde os resultados também demonstraram que o condicionamento ácido seletivo de esmalte aumenta a resistência de união e durabilidade dos adesivos autocondicionantes..

- **Condicionamento e total etch e self etch**

Munoz et al, relata que os adesivos podem ser aplicados sob diferentes modos. No modo Total etch ou Etch andrinse, há um condicionamento prévio da dentina e do esmalte, com remoção da smearlayer, aumentando a probabilidade de erros clínicos devido ao processo de lavagem e controle de umidade da dentina. Segundo o autor, o modo ER resulta em maior exposição do colágeno, aumentando a nanoinfiltração e a hipersensibilidade dentinária.

Os adesivos autocondicionantes ou Self etch não requerem condicionamento ácido separado, uma vez que a desmineralização ocorre com o monômero ácido presente no adesivo. O modo Self etch não remove a smearlayer, mas a incorporam no processo da hibridização. Os adesivos Self Etch não produzem um padrão de condicionamento de esmalte tão retentivo quanto o produzido pelo ácido fosfórico. Dessa forma o condicionamento ácido seletivo com ácido fosfórico é a técnica mais recentemente aceita para resolver esse problema.

Munoz ainda descreve o Adesivo Universal, que diferem dos anteriores porque são adesivos autocondicionantes de uma etapa que permite seu uso no modo ER esse. Estes sistemas possuem monômeros funcionais na sua composição, que produzem ligações químicas estáveis aos substratos.

Outro estudo que reforçam os estudo anterior são os resultados obtidos por Wagner et al, que demonstraram que a etapa de condicionamento assegura uma penetração mais profunda na dentina no modo Total Etch, com tags de resina mais compridos que no sistema Self Etch.

Por outro lado, apesar do modo Total etch apresentar uma maior resistência de união imediata às aplicações, após 6 meses ou uma ano de armazenamento em água houve uma queda significativa da resistência de união para o modo etch andrinse (total ecth) , comparado ao modo self etch.

- **Condicionamento seletivo de esmalte**

Tsujimoto em seu estudo, afirma que o pré condicionamento seletivo de esmalte para adesivos universais resultou em um aumento da resistência de união, pois dessa forma há um aumento da área de ligação e consequentemente da energia livre de superfície. O estudo de Makishi também reforça o estudo de Tsujimoto, onde o uso do condicionamento prévio de ácido fosfórico promoveu uma desmineralização mais profunda de esmalte, aumentando assim o potencial de interação química e intertravamentomicromecânico.

- **Se de uma ou 2 etapas**

Takamizawa realizou estudos onde os adesivos autocondicionantes ou Self Etch de 2 etapas obtiveram resultado adesivos mais expressivos que os adesivos autocondicionantes de uma etapa. De acordo com o autor, nos adesivos de 2 passos autocondicionantes há componentes hidrofílicos e monômeros funcionais no primer que ajudam a atingir regiões mais profundas de substratos desmineralizados, havendo uma dúvida se os adesivos autocondicionantes de etapa única podem executar as mesmas funções e com o mesmo resultado.

O estudo de Feitosa et al reforçam o estudo de Takamizawa, onde os adesivos autocondicionantes de duas etapas apresentaram melhor resistência à degradação hidrolítica devido a aplicação de uma resina adesiva hidrofóbica isenta de solvente.

De acordo com Munoz, uma camada adicional de monômero hidrofóbico incorpora monômeros não solvatados na interface de ligação, tornando-os menos propensos aos efeitos da degradação hidrolítica ao longo do tempo.

- **pH, Nanoinfiltração e Metaloproteinasas**

Feitosa et al observou em seus estudos que a estrutura tubular de dentina e a circulação sanguínea da polpa podem fornecer quantidades excessivas de água através da camada híbrida e adesiva, podendo proporcionar hidrólise e plastificação de polímeros que comprometem a durabilidade da interface adesiva. Além disso, a durabilidade da interface adesiva é influenciada pela degradação de enzimas proteolíticas como as metaloproteinases e catelepsinas.

De acordo com Serkies, a dentina humana contém metaloproteinases que são endopeptídeos que são ativados em ambientes de baixo pH. Os monômeros ácidos dos adesivos e o condicionamento ácido na dentina podem ativar as metaloproteinases, hidrolisando assim as fibras de colágeno da dentina desmineralizada. O efeito de uma possível degradação mediada por metaloproteinase da interface resina-dentina foi observada anteriormente em sistemas adesivos TotalEtch, onde o condicionamento ácido resulta em uma área grande de colágeno exposto e aumento da degradação da malha colágena. Quando o adesivo possui um pH leve (1,5 a 2,7), aplicado no modo Self etch não mostraram efeitos desnaturantes pelos ácidos nas metaloproteinases.

Takamizawa ainda relatou que o pH de adesivos autocondicionantes ultraleves é superior a 2,4 e o pH intermediário é 1,5. Esse pH relativamente alto dos adesivos autocondicionantes ultraleves levam à redução da corrosão diminuindo a capacidade de interação mecânica com a superfície. Dessa forma, os adesivos autocondicionantes se ligam por meio de ligação química entre monômeros funcionais e hidroxiapatita em vez de intertravamento mecânico. Os estudos de Suzuki reforçam essa tese, onde o adesivo universal de pH ultraleve apresentou baixa resistência adesiva.

O estudo de Makishi também corrobora com os estudos anteriores, no qual o adesivo com pH ultraleve limitou a penetração de monômeros de resina nos túbulos dentinários.

Muñoz et al, relatam que os adesivos autocondicionantes de pH muito baixo, quando comparados aos adesivos de pH mais elevados, mostraram uma maior nanoinfiltração, pois os monômeros ácidos não polimerizados

estão presentes em maior número que os monômeros polimerizáveis. Além disso, a hidrólise da ligação do monômero ácido resulta num ácido forte que continua a desmineralizar a dentina circundante.

- **Umidade e solvente**

Reis et al relataram que a umidade tem influência na resistência adesiva. De acordo com o autor, os sistemas adesivos requerem uma superfície úmida antes da aplicação do adesivo para maximizar a resistência adesiva. Os adesivos à base de acetona requerem uma superfície mais úmida e os sistemas adesivos à base de água requerem uma superfície menos úmida. Este fato é explicado quando a dentina desmineralizada é secada ao ar, a água dentro da matriz de colágeno é removida e as fibrilas de colágeno são colocadas em contato próximo formando ligações fracas que tornam a matriz de colágeno encolhida e não permeável a adesivos de resina. A acetona e os monômeros de resina não são capazes de re-expandir a matriz colágena produzindo resistências de união fracas. Contudo, quando a dentina secada ao ar for previamente re-umedecida, a água tem maior capacidade de re-expansão da matriz dentinária desmineralizada. Por outro lado, os sistemas a base de água possuem teor de água suficiente para molhar a dentina e expandir a matriz colágena para permitir que o monômero de resina se infiltre.

Já, o excesso de água é mais prejudicial para os adesivos a base de água do que para os adesivos a base de acetona. A medida que a água evapora das misturas aplicadas, a concentração de monômeros aumenta rapidamente dentro da rede de colágeno desmineralizada da dentina.. Este aumento pode provocar uma diminuição progressiva da pressão de vapor de água tornando mais difícil a remoção de água. A acetona neste caso, possui uma pressão de vapor bastante alta em comparação à pressão de vapor da água, o que facilita a sua eliminação. A presença de água residual durante a polimerização tem um efeito prejudicial na formação da camada híbrida, uma vez que interfere com as propriedades mecânicas da resina de ligação.

- **Modo de aplicação do adesivo**

De acordo com Ying Zhang, et al, o modo de aplicação afeta a resistência adesiva. Na tentativa de melhorar a eficácia de ligação dos adesivos autocondicionantes, a aplicação ou agitação ativa pode ser utilizada como técnica simples e rápida. A agitação pode proporcionar um efeito de condicionamento consistente e melhorar a interação de monômeros ácidos com o substrato condicionado. Esse procedimento também pode melhorar a cinética das moléculas e permitir uma melhor difusão de monômeros.

O estudo de Saikew também reafirmou o estudo de Ying Zhang, onde um tempo reduzido de aplicação de adesivo levou ao acúmulo de água residual e solvente, comprometendo a polimerização. Naquele estudo, demonstrou-se que utilizando o tempo de aplicação recomendado pelo fabricante, os resultados foram mais satisfatórios que a aplicação com tempo reduzido. Provavelmente esse resultado é atribuído à porosidade na camada adesiva, que pode favorecer a sorção de água e promover rápida degradação da camada híbrida afetando adversamente as forças adesivas. O estudo de Makishi também reforçam os dados dos estudos anteriores, onde o pH ultraleve de adesivos autocondicionantes apresentou melhor resultado quando houve aplicação ativa dos adesivos.

- **Camada adicional de adesivo**

De acordo com Tsujimoto, utilização de uma camada adicional melhora a energia livre e a ligação química, promovendo o acoplamento químico à matriz de resina, ligações químicas às partículas de carga expostas e retenções micromecânicas através da penetração de monômeros na microestrutura do composto de resina.

Os estudos realizados por Bansalet al corroboram com o estudo de Tsujimoto, onde os autores encontraram uma maior resistência de união com a aplicação de múltiplas camadas adesivas. A razão pode ser que o aumento da extensão do adesivo ajuda na impregnação de monômeros no colágeno, causada pelo método de revestimento consecutivo. Dessa forma, os monômeros se difundem para dentro da rede de colágeno enquanto os

solventes se difundem para fora. Convém salientar que as múltiplas camadas aplicadas não devem ser curadas para não aumentar a espessura da camada híbrida.

- **Monomerosfuncionais**

Tsuchiya et al realizaram estudo que comprovou o aumento na resistência adesiva com o uso do monômero MDP. Yoshihara et al relataram que há dois mecanismos de durabilidade de ligação com o uso de MDP. De acordo com o autor, há a formação de uma nanocamada fortemente hidrofóbica na interface MDP –hidroxiapatita (HAp) que evita a degradação através de processos hidrolíticos e portanto acredita-se que ela contribua para a durabilidade da ligação. Recentemente, alguns pesquisadores também propuseram a idéia de uma zona resistente “ácido-base” (ABRZ). Acredita-se que tanto a penetração de monômeros no tecido dentário mineralizado além da camada híbrida e a interação química entre monômeros funcionais e HAp contribuam para a formação de um ABRZ. Além disso, os pesquisadores observaram um ABRZ com adesivos contendo MDP, não apenas na dentina mas também em substrato de esmalte e portanto, sugeriram que o MDP é necessário para criar um ABRZ no esmalte, aumentando a longevidade e aumento da resistência adesiva.

Ainda de acordo com Yoshihara, o 10- MDP é considerado um monômero funcional devido ao seu comprovado potencial de ligação estável baseado no travamento micromecânico obtido através da capacidade de condicionamento e interação iônica com HAp juntamente com formação de sal de monômero-Ca estável.

Os estudos de Tsujimoto reforçam os estudos de Tsuchiya e Yoshihara, relatando que o MDP presente em adesivos universais permitem adesão estável à dentina, independente de um pré-condicionamento ácido, formando uma nanocamada estável com uma deposição de sais MDP-cálcio.

- **Monômero funcional Silano**

Tsujimoto ainda relata que o osilano funciona como um agente de acoplamento permitindo a ligação do compósito de resina com o composto cerâmico. O silano é um agente de união com função dupla, constituído por um grupo silanol que reage com a superfície da cerâmica e um grupo metacrilato que co-polimeriza com os adesivos. No entanto, o presente estudo sugeriu que o silano pode aumentar a hidrofiliabilidade predispondo a camada adesiva à degradação hidrolítica. Dessa forma, o uso de silano se torna mais eficaz utilizando adesivos que contenham MDP.

- **Monomero funcional Hema**

Shinoda et al estudou a funcionalidade do Hema na longevidade de adesão. Segundo o autor, os sistemas adesivos autocondicionantes livres de Hema mostraram nanoinfiltração na camada híbrida e na camada adesiva com formação de árvores-água devido a separação de fases dos componentes adesivos e infiltração osmótica de água na interface resina-dentina a partir dos túbulos dentinários. Já os adesivos que contém Hema podem melhorar a força de adesão à dentina melhorando o molhamento da superfície dentinária e impedindo a separação de fases entre os componentes hidrofóbicos e a água e resultando na ausência de formação de nanoinfiltração de árvores-água. No entanto, o Hema promove hidrogéis poli-Hema com água residual na interface adesiva que pode levar à degradação hidrolítica. Os estudos de Takamizawa reforçam o estudo de Shinoda, onde o autor ressalta que um ambiente rico em água do substrato dentinário pode induzir a separação de fases de adesivos livres de Hema, diminuindo a força de adesão

- **Secagem**

Outro fator que afeta a resistência adesiva é a duração do tempo de secagem dos adesivos. De acordo com Fu, as forças de adesão de cada sistema revelaram um aumento na força de adesão quando a secagem se prolongou acima de 15s. A baixa força de adesão quando não há secagem pode ser atribuída à água residual e aos solventes dentro da camada adesiva, que deveriam ser evaporados antes da polimerização. A água e os solventes residuais em secagens insuficientes podem interferir na polimerização de

monômeros adesivos, diminuindo a qualidade da camada híbrida e resultando em separação de fases, o que leva a diminuição da força de adesão.

Os estudos de Fu e Samimi se complementam. No estudo de Samimi, uma secagem mais prolongada melhorou o desempenho do adesivo autocondicionante de 2 passos. De acordo com o autor, esse desempenho está relacionado à eliminação de água e de solventes da interface resina-dentina. O autor ainda cita que a evaporação adequada do solvente resulta em um aumento significativo no grau de polimerização atribuído ao aumento de viscosidade e conseqüentemente menor penetração de oxigênio na camada adesiva, com menor formação de lacunas, que diminuem a capacidade adesiva.

- **Polimerização**

Samimi demonstrou em seus estudos que um aumento no tempo de cura dos adesivos resulta em um aumento no grau de polimerização, aumentando a conversão de monômeros. O alto nível de energia recebida pela luz resulta em maior polimerização da cadeia e na progressão da polimerização em direção à camada inibida pelo oxigênio que leva à diminuição na espessura da camada, melhorando as propriedades mecânicas da camada adesiva.

- **Clareamento**

Piemjajiet al relataram que o clareamento afeta a resistência adesiva. Os estudos sugeriram que o peróxido de hidrogênio poderia penetrar na interface dentina-esmalte e criar uma via de microinfiltração em espécimes que foram clareados e depois restaurados. A forte concentração de peróxido de hidrogênio no clareamento vital e não vital pode expor as fibras de colágeno intertubular e peritubular. A rede é facilmente colapsada quando secada ao ar, o que obstrui a difusão de monômeros para uma vedação completa. O oxigênio residual nascente da reação de oxidação do peróxido de hidrogênio também interfere na polimerização da resina

através da presença de radicais livres, diminuindo assim a resistência adesiva.

Esse estudo foi corroborado pelos dados de Marsonçetal, onde encontrou resultados de diminuição da resistência adesiva após o clareamento dental, devido à liberação por difusão do oxigênio nascente.

Conclusão

Os principais fatores que influenciam a resistência adesiva são:

- Substrato de aplicação
- Isolamento satisfatório
- Condicionamento ácido
- Secagem evitando overwet e overdry
- Evaporação do solvente
- Aplicação adequada de adesivos
- Fotoativação
- Contração de polimerização da resina composta
- Clareamento

O Adesivo Autocondicionante de 2 frascos apresentou o melhor resultado de resistência de adesão e longevidade.

Referências

- Apolonio, F. M., Mazzoni, A., Angeloni, V., Scaffa, P. M. C., Santi, S., Saboia, V. de P. A., ... Breschi, L. (2017). Effect of a one-step self-etch adhesive on endogenous dentin matrix metalloproteinases. *European Journal of Oral Sciences*, (12). <https://doi.org/10.1111/eos.12337>
- Azad, E., Atai, M., Zandi, M., Shokrollahi, P., & Solhi, L. (2018). Structure–properties relationships in dental adhesives: Effect of initiator, matrix monomer structure, and nano-filler incorporation. *Dental Materials*, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.05.013>
- Bahrololumi, N., Beglou, A., Najafi-abrandabadi, A., & Sadr, A. (2017). Effect of water storage on ultimate tensile strength and mass changes of universal adhesives, 9(1). <https://doi.org/10.4317/jced.53048>
- Bansal, S., Pandit, I., Srivastava, N., & Gugnani, N. (2010). Technique-sensitivity of dentin-bonding agent application: The effect on shear bond strength using one-step self-etch adhesive in primary molars: An in vitro study. *Journal of Indian Society of Pedodontics and Preventive Dentistry*, 28(3), 183. <https://doi.org/10.4103/0970-4388.73781>
- Buonocore, M. G. (1955). A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. <https://doi.org/10.1177/00220345550340060801>
- Carlos, F., Uningá, M., Guilherme, L., & Uningá, S. (2005). Efeito do clareamento dental sobre a resistência adesiva do esmalte, 169–178.
- CHIARAPUTT, S., ROONGRUJIMEK, P., SATTABANASUK, V., PANICH, N., HARNIRATTISAI, C., & SENAWONGSE, P. (2011). Biodegradation of all-in-one self-etch adhesive systems at the resin-dentin interface. *Dental Materials Journal*, 30(6), 814–826. <https://doi.org/10.4012/dmj.2011-080>
- Coelho, A., Canta, J. P., Martins, J. N. R., Oliveira, S. A., & Marques, P. (2012). Perspetiva histórica e conceitos atuais dos sistemas adesivos amelodentinários - revisão da literatura. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial*, 53(1), 39–46. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2011.11.008>
- Fares, N. H., Coutinho, K. Q., Couto, M. G., Couto-júnior, M., & Nagem-filho, H. (n.d.). Tensões de Contração das Resinas Compostas Geradas durante a Polimerização, 45, 177–184.
- Feitosa, V. P., Leme, A. A., Sauro, S., Correr-Sobrinho, L., Watson, T. F., Sinhoretí, M. A., & Correr, A. B. (2012). Hydrolytic degradation of the resin-dentine interface induced by the simulated pulpal pressure, direct and indirect water ageing. *Journal of Dentistry*, 40(12), 1134–1143.

<https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.09.011>

- Fu, J., Saikaew, P., Kawano, S., Carvalho, R. M., Hannig, M., Sano, H., & Selimovic, D. (2017). Effect of air-blowing duration on the bond strength of current one-step adhesives to dentin. *Dental Materials*, 33(8), 895–903. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.03.015>
- Gabrielle, H., Fernandes, K., Pereira, E. M., Carlos, J., Ribeiro, R., Moysés, M. R., & Graduação, C. De. (2016). EVOLUÇÃO DOS ADESIVOS DENTÁRIOS : revisão de literatura EVOLUTION OF DENTAL ADHESIVES : review of literature restauradora busca que atenda as características antagônicas do material molecular e maior viscosidade , que dão poderiam se infiltrar na dentina , 552–561.
- Garcia, R. N., & et al. (2011). Avaliação da resistência de união de sistemas restauradores contemporâneos em esmalte e dentina Bond strength of contemporary restorative systems to enamel and dentin. *Rsbo*, 8(1), 60–67.
- Giannini, M. (2015). Assessment of current adhesives in class I cavity : Nondestructive imaging using optical coherence tomography and microtensile bond strength. *Dental Materials*, 1–11. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.06.013>
- Hanabusa, M., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Okihara, T., Yamamoto, T., Momoi, Y., & Van Meerbeek, B. (2016). Interference of functional monomers with polymerization efficiency of adhesives. *European Journal of Oral Sciences*, 124(2), 204–209. <https://doi.org/10.1111/eos.12245>
- Koppolu, M., Gogala, D., Mathew, V., Thangala, V., Deepthi, M., & Sasidhar, N. (2012). Effect of saliva and blood contamination on the bond strength of self-etching adhesive system- An in vitro study. *Journal of Conservative Dentistry*, 15(3), 270. <https://doi.org/10.4103/0972-0707.97956>
- Luque-Martinez, I. V., Perdigão, J., Mnoz, M. A., Sezinando, A., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2014). Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin. *Dental Materials*, 30(10), 1126–1135. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.002>
- Makishi, P., André, C., Ayres, A., Martins, A., & Giannini, M. (2016). Effect of Storage Time on Bond Strength and Nanoleakage Expression of Universal Adhesives Bonded to Dentin and Etched Enamel. *Operative Dentistry*, 41(3), 305–317. <https://doi.org/10.2341/15-163-L>
- Muñoz, M., Luque-Martinez, I., Malaquias, P., Hass, V., Reis, A., Campanha, N., & Loguercio, A. (2015). *In Vitro* Longevity of Bonding Properties of Universal Adhesives to Dentin. *Operative Dentistry*, 40(3), 282–292. <https://doi.org/10.2341/14-055-L>
- Nagura, Y., Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Watanabe, H., Johnson, W. W., Takamizawa, T., ... Miyazaki, M. (2018). Relationship between enamel bond fatigue durability and surface free-energy characteristics with

universal adhesives. *European Journal of Oral Sciences*.
<https://doi.org/10.1111/eos.12398>

- Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *Journal of Biomedical Materials Research*, 16(3), 265–273.
<https://doi.org/10.1002/jbm.820160307>
- Piemjai, M., & Lenglerdphol, S. (2017). Effect of strong tooth-bleaching with 38% hydrogen peroxide on marginal seal of dental restorations using self-etch and total-etch adhesives. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, (November), 1–7. <https://doi.org/10.1111/jerd.12354>
- Pongprueksa, P., De Munck, J., Inokoshi, M., & Van Meerbeek, B. (2018). Polymerization efficiency affects interfacial fracture toughness of adhesives. *Dental Materials*, 34(4), 684–692.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.01.015>
- Reis, André Figueiredo, Pereira P.N.R., Gianinni, M. S. (2007). Sistemas Adesivos - Atualidades E Perspectivas. *25 Congresso Internacional de Odontologia de São Paulo*, 85–117.
- Reis, A., Loguercio, A. D., Carvalho, R. M., & Grande, R. H. M. (2004). Durability of resin dentin interfaces: Effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dental Materials*, 20(7), 669–676.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2003.11.006>
- Relevance, C. (2016). Influence of Conditioning Time of Universal Adhesives on Adhesive Properties and Enamel-Etching Pattern.
<https://doi.org/10.2341/15-213-L>
- Saikaew, P., Matsumoto, M., Chowdhury, A., Carvalho, R., & Sano, H. (2018). Does Shortened Application Time Affect Long-Term Bond Strength of Universal Adhesives to Dentin? *Operative Dentistry*, 17–205–L.
<https://doi.org/10.2341/17-205-L>
- Samimi, P., Ghodrati, M., Shirban, F., & Khoroushi, M. (2017). Comparison of the Dentin Bond Strength of Two Self-Etch Adhesives After Prolonged Air-Drying and Additional Light-Curing, 14(5).
- Sampaio, P. C. P., Kurly, P. de C., Ribeiro, C. C., Hilgert, L. A., Pereira, P. N. R., Scaffa, P. M. C., ... Garcia, F. C. P. (2017). Comparative bonding ability to dentin of a universal adhesive system and monomer conversion as functions of extended light curing times and storage. *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials*, 75, 41–49.
<https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2017.06.033>
- Serkies, K. B., Garcha, R., Tam, L. E., Souza, G. M. De, & Finer, Y. (2016). Matrix metalloproteinase inhibitor modulates esterase-catalyzed degradation of resin – dentin interfaces. *Dental Materials*, 1–11.
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.09.007>

- Sezinando, A. (2014). Looking for the ideal adhesive - A review. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentaria e Cirurgia Maxilofacial*, 55(4), 194–206. <https://doi.org/10.1016/j.rpemd.2014.07.004>
- Shinoda, Y., Nakajima, M., Hosaka, K., Otsuki, M., Foxton, R. M., & Tagami, J. (2011). Effect of smear layer characteristics on dentin bonding durability of HEMA-free and HEMA-containing one-step self-etch adhesives. *Dental Materials Journal*, 30(4), 501–510. <https://doi.org/10.4012/dmj.2011-001>
- Suzuki, T., Takamizawa, T., Barkmeier, W., Tsujimoto, A., Endo, H., Erickson, R., ... Miyazaki, M. (2016). Influence of Etching Mode on Enamel Bond Durability of Universal Adhesive Systems. *Operative Dentistry*, 41(5), 520–530. <https://doi.org/10.2341/15-347-L>
- Takamizawa, T., Barkmeier, W. W., Sai, K., Tsujimoto, A., Imai, A., Erickson, R. L., ... Miyazaki, M. (2017). Influence of different smear layers on bond durability of self-etch adhesives. *Dental Materials*, 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.11.002>
- Tsuchiya, K., Takamizawa, T., Barkmeier, W. W., Tsubota, K., Tsujimoto, A., Berry, T. P., ... Miyazaki, M. (2016). Effect of a functional monomer (MDP) on the enamel bond durability of single-step self-etch adhesives. *European Journal of Oral Sciences*, 124(1), 96–102. <https://doi.org/10.1111/eos.12232>
- Tsujimoto, A., Barkmeier, W., Takamizawa, T., Wilwerding, T., Latta, M., & Miyazaki, M. (2017). Interfacial Characteristics and Bond Durability of Universal Adhesive to Various Substrates. *Operative Dentistry*, 42(2), E59–E70. <https://doi.org/10.2341/15-353-L>
- Tsujimoto, A., Barkmeier, W. W., Takamizawa, T., Watanabe, H., Johnson, W. W., Latta, M. A., & Miyazaki, M. (2016). Influence of duration of phosphoric acid pre-etching on bond durability of universal adhesives and surface free-energy characteristics of enamel. *European Journal of Oral Sciences*, 124(4), 377–386. <https://doi.org/10.1111/eos.12284>
- Wagner, A., Wendler, M., Petschelt, A., Belli, R., & Lohbauer, U. (2014). Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *Journal of Dentistry*, 42(7), 800–807. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.04.012>
- Yoshihara, K., Hayakawa, S., Nagaoka, N., Okihara, T., Yoshida, Y., & Van Meerbeek, B. (2018). Etching Efficacy of Self-Etching Functional Monomers. *Journal of Dental Research*, 2–5. <https://doi.org/10.1177/0022034518763606>
- Zhang, Y., & Wang, Y. (2012). Distinct photopolymerization efficacy on dentin of self-etch adhesives. *Journal of Dental Research*, 91(8), 795–9. <https://doi.org/10.1177/0022034512452143>
- Zhang, Y., & Wang, Y. (2013). Effect of application mode on interfacial morphology and chemistry between dentine and self-etch adhesives.

Journal of Dentistry, 41(3), 231–240.
<https://doi.org/10.1016/j.jdent.2012.11.006>