

DEGRADACIÓN HIDROLÍTICA DE LA CAPA HÍBRIDA UTILIZANDO ADHESIVOS CON HEMA Y SIN HEMA

Revisión de la Literatura.

Ximena Alejandra Paredes Hernández

Valeria Parra Ruiz

**UNIVERSIDAD EL BOSQUE
POSGRADO OPERATORIA DENTAL ESTÉTICA Y MATERIALES DENTALES –
FACULTAD DE ODONTOLOGIA
BOGOTA D.C. – FEBRERO 2020**

HOJA DE IDENTIFICACION

Universidad	El Bosque
Facultad	Odontología
Programa	Posgrado de Operatoria dental estética y materiales dentales
Título:	Especialista en Operatoria dental estética y materiales dentales
Línea de investigación:	Materiales dentales
Institución participante:	Facultad de Odontología - Universidad El Bosque
Tipo de investigación:	Revisión de literatura
Estudiantes:	Ximena Alejandra Paredes Hernandez Valeria Parra Ruiz
Director:	Dr. Luís Eduardo Luna Angel
Asesor metodológico:	Dra. Sandra Patricia Castaño Duque

DIRECTIVOS UNIVERSIDAD EL BOSQUE

HERNANDO MATIZ CAMACHO	Presidente del Claustro
JUAN CARLOS LOPEZ TRUJILLO	Presidente Consejo Directivo
MARIA CLARA RANGEL G.	Rectora
RITA CECILIA PLATA DE SILVA	Vicerrector(a) Académico
FRANCISCO FALLA	Vicerrector Administrativo
MIGUEL OTERO CADENA	Vicerrectoría de Investigaciones.
LUIS ARTURO RODRÍGUEZ	Secretario General
JUAN CARLOS SANCHEZ PARIS	División Postgrados
MARIA ROSA BUENAHORA	Decana Facultad de Odontología
MARTHA LILILIANA GOMEZ RANGEL	Secretaria Académica
DIANA ESCOBAR	Directora Área Bioclínica
MARIA CLARA GONZÁLEZ	Director Área comunitaria
FRANCISCO PEREIRA	Coordinador Área Psicosocial
INGRID ISABEL MORA DIAZ	Coordinador de Investigaciones Facultad de Odontología
IVAN ARMANDO SANTACRUZ CHAVES	Coordinador Postgrados Facultad de Odontología
OLGA LUCIA ZARTA ARIZABALETA	Directora Programa de Operatoria dental, Estética y Materiales dentales

“La Universidad El Bosque, no se hace responsable de los conceptos emitidos por los investigadores en su trabajo, solo velará por el rigor científico, metodológico y ético del mismo en aras de la búsqueda de la verdad y la justicia”

GUÍA DE CONTENIDO

RESUMEN

ABSTRACT

	Pág.
1. Introducción	10
2. Antecedentes	3
3. Objetivos	5
General	5
Específicos	5
4. Metodología PARA EL DESARROLLO DE LA REVISIÓN	6
1. Pregunta orientadora	6
2. Estructura de la revisión – temáticas	6
3. Búsqueda de información	7
a. Selección de palabras clave por temática	8
b. Estructuración de estrategia de búsqueda por temática	8
c. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temáticas en bases de datos	8
d. Preselección de artículos por temática.....	9
Selección de artículos por temática	29
Proceso de extracción de información de artículos por temática.....	30
Proceso estructuración	30
5. CONSIDERACIONES EN PROPIEDAD INTELECTUAL	31
Sustento legal	31
6. RESULTADOS	32

Micromorfología de la capa híbrida.....	32
Mecanismos de formación de la capa híbrida	35
Degradación hidrolítica.....	36
Del uso mineral hasta los adhesivos universales	38
Técnicas de grabado.....	41
Efectos del adhesivo de dentina universal con HEMA.....	45
Propiedades físicas y químicas de solventes en adhesivos	46
Acetona.....	46
Agua	47
Etanol.....	47
Efectos del adhesivo de dentina universal libre de HEMA	48
7. Discusión	50
Bibliografía	53

RESUMEN

DEGRADACIÓN HIDROLÍTICA DE LA CAPA HÍBRIDA UTILIZANDO ADHESIVOS CON HEMA Y SIN HEMA. *Revisión de la literatura*

Antecedentes. Teniendo en cuenta que la capa híbrida se construye por la infiltración de un polímero en la malla de colágeno, es muy susceptible a fallas debido a las condiciones en las que se forma, como: presencia de agua entre las fibras de colágeno y sorción de agua en El polímero. El HEMA está incluido en los adhesivos como un promotor de adhesión, es una molécula altamente hidrofílica, lo que los hace tener un mayor contenido acuoso y, por lo tanto, al colocarlos, aumenta la cantidad de disolvente residual retenido en la capa híbrida. La acumulación de monómeros hidrofílicos aumenta la permeabilidad en el adhesivo después de la polimerización, ya que el calor generado por la unidad de fotocurado crea movimientos convectivos del agua atrapada, redistribuyéndolos en la capa adhesiva como pequeños canales acuosos, aumentando el riesgo de hidrólisis y, por lo tanto, reduciendo el adhesivo. fuerza entre el adhesivo y la dentina. Para reducir esta degradación hidrolítica, aparecen adhesivos sin HEMA, lo que eliminaría este inconveniente. Identificar con base en la evidencia científica la relación que existe entre la degradación hidrolítica de la capa híbrida cuando se usan adhesivos con HEMA y adhesivos libres de HEMA. **Metodología:** Se realizó mediante búsqueda electrónica, las bases de datos consultadas fueron: PubMed, Scielo, Cochrane, Elsevier, EBSCO, utilizando palabras clave. No hubo restricciones de idioma o año para las publicaciones. La última búsqueda se realizó en octubre de 2019. Conclusiones. La influencia de HEMA en la degradación hidrolítica de la capa híbrida es un tema muy controvertido. Los estudios informan que no hay diferencias significativas entre HEMA y los adhesivos sin HEMA, cuando su desempeño ha sido evaluado clínicamente; Peumans et al en 2018 informaron que después de 9 años de sellos de clase V en los que se había utilizado adhesivo autograbado de una botella sin HEMA, tuvieron clínicamente el mismo resultado exitoso que aquellos en los que se utilizaron adhesivos de grabado total de 3 pasos con HEMA. En la revisión se ha encontrado que la evaluación clínica de la degradación de la capa híbrida está relacionada con la capacidad de estos sistemas adhesivos para retener sellado (resistencia adhesiva), pero no en un análisis específico de esa interfaz.

Palabras Clave: Capa híbrida, degradación, adhesivos HEMA, adhesivos sin HEMA, solventes adhesivos, técnica de grabado.

ABSTRACT

HYDROLYTIC DEGRADATION OF THE HYBRID LAYER USING ADHESIVES WITH AND HEMA FREE. Literature review.

Background. Considering that the hybrid layer is constructed by the infiltration of a polymer in the collagen mesh, it is very susceptible to failures due to the conditions in which it is formed, such as: presence of water between the collagen fibers and water absorption in the polymer. HEMA is included in the adhesives as an adhesion promoter. It is a highly hydrophilic molecule, which makes them have a higher aqueous content and, therefore, when placed, increases the amount of residual solvent retained in the hybrid layer. The accumulation of hydrophilic monomers increases the permeability in the adhesive after polymerization, since the heat generated by the curing light creates convective movements of the trapped water, redistributing them in the adhesive layer as small aqueous channels, increasing the risk of hydrolysis and, therefore, reducing the adhesive strength between the bonding agent and the dentin. To reduce this hydrolytic degradation, adhesives without HEMA appeared, which would eliminate this inconvenience. **Objective.** To identify the relationship between the hydrolytic degradation of the hybrid layer when using HEMA adhesives and HEMA-free adhesives. **Method.** It was carried out by electronic search, using databases from: PubMed, Scielo, Cochrane, Elsevier, EBSCO, using keywords. There were no language or year restrictions for publications. The last search was conducted in October 2019. **Conclusions.** The influence of HEMA on the hydrolytic degradation of the hybrid layer is a very controversial issue. Studies report that there are no significant differences between HEMA and adhesives without HEMA, when their performance has been clinically evaluated; Peumans et al in 2018, reported that after 9 years of class V fillings in which self-etched adhesive from a HEMA-free bottle had been used, they had clinically the same successful outcome as those in which 3-step total etch adhesives with HEMA were used. In the review it was found that the clinical evaluation of the degradation of the hybrid layer is related to the ability of these adhesive systems to retain sealing (adhesive strength), but not in a specific analysis of that interface.

Keywords: Hybrid layer, degradation, HEMA adhesives, HEMA-free adhesives, adhesive solvents, etching technique.

1. INTRODUCCIÓN

Los recientes adelantos en el campo de la operatoria dental, especialmente en lo referente al desarrollo de nuevos materiales, han estimulado la necesidad de intensificar las investigaciones de nuevos materiales. En ese contexto, el avance en técnicas de restauración contempla el estudio de la fisiología de los sustratos, la interacción de los sistemas adhesivos, los procesos que influyen en las posibles reacciones, los materiales, todo esto, por una interfase se concibe integralmente.

De acuerdo con lo expuesto, la presente revisión bibliográfica ofrece un análisis de la adhesión desde la perspectiva de la degradación hidrolítica de la capa híbrida en dos escenarios, el primero, con la utilización adhesivos con HEMA y el segundo, adhesivos libre de HEMA. La importancia de un conocimiento organizado y objetivo, es la base para comparar productos que contienen HEMA y otros HEMA free, con el propósito de identificar cuál es el comportamiento de estos productos respecto a la relación que existe con la degradación hidrolítica de la capa híbrida, y en esa dirección, se debe tener en cuenta que los productos que se comercializan en la actualidad como el HEMA *free*, presentan en su composición otra molécula de la cual su información es incipiente, hecho que puede indicar que posiblemente en el futuro cercano, se encuentre la manera de evitar los fracasos restaurativos, principalmente en el proceso adhesivos, si se llegara a encontrar otra molécula que evite la degradación de la capa híbrida.

Así las cosas, se pone en evidencia el interés de dar a conocer la razones por las cuales están ocurriendo los fracasos en las restauraciones odontológicas, específicamente qué es lo que ocurre en los adhesivos y la manera de intervención en la relación con el acondicionamiento del tejido dentinal.

En la actualidad no se evidencia una revisión de literatura que analice los factores de influencia en la degradación hidrolítica en adhesivos con HEMA y HEMA free, razón por la cual es necesario contribuir con el análisis comparativo que indique la importancia de conocer los componente en cada adhesivo para contar con un panorama general de decisión acorde a la realidad de cada situación clínica.

De la misma manera, las casas comerciales han creado nuevos sistemas de adhesión que cuentan con diferentes vehículos, de esta manera se puede disminuir esta degradación hidrolítica

y mejorar la adhesión de restauraciones bajo el marco de una odontología moderna encaminada a la adhesión.

En ese orden de ideas, el documento está conformado por tres secciones, en la primera sección se presenta en detalle la metodología utilizada para la búsqueda, preselección y selección de fuentes bibliográficas, en la segunda sección, se relaciona la revisión teórica de la capa híbrida y sus mecanismos de formación, la degradación hidrolítica, caracterización de los adhesivos con HEMA, de los adhesivos libres de HEMA, los solventes utilizados en el proceso de adhesión y las técnicas de grabado; en la tercera sección que corresponde a la discusión, se presenta un análisis comparativo que diferencia la utilización del adhesivo con HEMA frente al adhesivo libre de HEMA.

2. ANTECEDENTES

La revolucionaria industria en operatoria dental ha estimulado la producción de nuevos materiales de mayor estabilidad y duración. Siendo así, se plantea como objeto de estudio, la degradación hidrolítica de la capa híbrida con el uso de adhesivos con HEMA y libres de HEMA.

Se reconoce entonces que la capa híbrida se forma como respuesta a un proceso de reforzamiento de la dentina hidrofílica por la infiltración de resina, el cual no presenta componente inorgánico debido al acondicionamiento con ácido fosfórico que ha desmineralizado y se ha generado un aumento de agua en esta zona por efecto de la hidrofobicidad y contracción de polimerización; cabe señalar que el grado de contracción se debe compensar por el flujo de resina compuesta desde la superficie (Kusunoki, et al., 2006). Dicha penetración del polímero en la malla colágena de la dentina acondicionada es lo que se conoce como capa híbrida (Valenzuela, et al., 2012).

Los adhesivos son polímeros que tienen dentro de su composición monómeros polimerizables y monómeros funcionales, uno de los promotores de adhesión más conocidos es el HEMA - 2-hidroxiethyl 2-metil-prop-2-enoato de etilo-, molécula altamente hidrosoluble y es la responsable de establecer esa unión entre el tejido hidrofílico y el material hidrofóbico, tiene iniciadores de polimerización, algunos poseen relleno para disminuir la contracción de polimerización y mejorar las propiedades mecánicas del adhesivo, adicionalmente, tienen solventes como agua, acetona o alcohol, que pueden ser únicos o en combinación, formando una mezcla azeotrópica. Esta es definida como una mezcla líquida de dos o más compuestos químicos que presenta un único punto de ebullición fijo y constante, que al pasar a estado gaseoso se comporta como un compuesto puro al mostrar la misma composición en el líquido y en el vapor en equilibrio, por lo tanto, no se puede modificar su composición (Mandagarán & Campanella, 2008).

Esta interfase restauración-dentina se ve afectada por múltiples factores como la presencia de enzimas proteolíticas o la permanencia de agua en la dentina, que generará una hidrólisis y empaquetamiento de disolventes residuales en la interfaz adhesiva (Sabatini & Pashley, 2014).

Dada la complejidad de la técnica adhesiva se ha mostrado que ese componente de fluido acuoso entre las fibras colágenas posterior al proceso de acondicionamiento es importante porque permite que los monómeros del adhesivo se difundan a través de la malla colágena, aunque al considerar que se suma a la cantidad de agua que contienen algunos adhesivos, se crea una

dificultad en la eliminación de los excedentes de agua por el proceso de aireado. Esto se presenta debido a que el agua es el solvente que presenta la menor presión de evaporación y queda atrapada dentro de la capa híbrida, predisponiendo esta zona a una hidrólisis, entendiéndose como el proceso químico mediante el cual la molécula de agua rompe los enlaces covalentes que se han formado entre los átomos del polímero, permitiendo la separación del adhesivo y la malla colágena.

Así pues, el HEMA, es altamente hidrosoluble, de tal manera que cuando se utiliza como promotor de adhesión, el contenido de agua en los adhesivos está aumentado. Esta molécula tiene bajo peso molecular y su uso está orientado a proveer humectabilidad y difusión de los monómeros dándole propiedades de penetración al adhesivo, la cual logra la retención micromecánica que es el mecanismo primario con la dentina desmineralizada. Las concentraciones de HEMA para lograr una difusión en la dentina puede variar entre 1.5 - 1.8 mM dichas concentraciones podrían fácilmente llegar a pulpa causando efectos adversos en ellas.

A partir del principio de la función de unión de los adhesivos de resinas al esmalte y la dentina, se precisa señalar que se los adhesivos de grabado y lavado contienen HEMA, por lo tanto, presentan una cantidad importante de agua, condición que en los autograbadores se ha ido disminuyendo, no obstante, se sigue presentando una susceptibilidad a la degradación en adhesivos con este tipo de solventes por la importancia del agua en el proceso de ionización de todos los elementos del adhesivo (Van Landuyt, et al., 2007).

Algunos fabricantes han desarrollado sistemas adhesivos sin HEMA, conocidos como HEMA free, para tratar de solucionar el problema de la degradación hidrolítica del polímero, adicionando agentes surfactantes como el Bis-HEMA - bisfenol A glicidildimetacrilato-etoxilado - que ha sido usado como una molécula análoga al BIS GMA, pero presenta menos viscosidad.

De acuerdo con lo anteriormente mencionado, la presente revisión busca compilar información sobre la influencia que tienen los adhesivos con HEMA y adhesivos HEMA free en la degradación hidrolítica de la capa híbrida.

3. OBJETIVOS

General

Identificar con base en la evidencia científica la relación que existe entre la degradación hidrolítica de la capa híbrida cuando se usan adhesivos con HEMA y adhesivos libres de HEMA

Específicos

A partir de la evidencia científica:

- Determinar la influencia que tienen los adhesivos con HEMA en la degradación hidrolítica de la capa híbrida.
- Determinar la influencia que tienen los adhesivos sin HEMA - HEMA free - en la degradación hidrolítica de la capa híbrida.

4. METODOLOGÍA PARA EL DESARROLLO DE LA REVISIÓN

- a. *Tipo de estudio: Revisión narrativa.*
- b. *Muestra:* Artículos científicos donde se evalúe a partir de la evidencia científica publicada la degradación hidrolítica de la capa híbrida utilizando adhesivos con HEMA y sin HEMA.

El enfoque de investigación adoptado para esta revisión fue el análisis de fuentes por medio de la búsqueda electrónica para identificar los estudios relevantes en las siguientes bases de datos: PubMed, Scielo, Cochrane, Elsevier, EBSCO, el uso de términos seleccionados de acuerdo con el Medical Subject Headings MeSH a saber: capa híbrida, degradación, adhesivos con HEMA, adhesivos libres de HEMA, solventes de los adhesivos, técnica de grabado.

1. *Pregunta orientadora*

Dentro de los parámetros protocolarios para el desarrollo de la revisión se estableció la pregunta cual se orienta y es la que se pretende responder:

¿Cuál es la relación que existe entre la degradación hidrolítica de la capa híbrida cuando se usan adhesivos con HEMA y libres de HEMA?

2. *Estructura de la revisión – temáticas*

Una vez establecida la pregunta, se formalizó la estructura la revisión de acuerdo a las temáticas que se van a desarrollar

- Introducción/ Antecedentes/ Objetivos
- Metodología

1. Capa híbrida

Propiedades micromorfológicas

Formación

2. Degradación hidrolítica

3. Adhesivos

Con HEMA

Libres de HEMA

- 4. Solventes
- 5. Técnicas de grabado
- Conclusión
- Referencias.

3. Búsqueda de información

La búsqueda de información se presenta a continuación para la temática relacionada con las propiedades micromorfológicas de la capa híbrida y su formación, en una secuencia de cuatro tablas que inicia con la indagación de listas de referencias de los artículos científicos incluidos, posteriormente, la búsqueda se concentró alrededor de la temática utilizando el conector lógico AND para vincular los conceptos, que arrojó un universo de fuentes, luego como filtros, se tomaron el título y resumen como parte de la preselección y en seguida, se tomaron las fuentes con texto completo para su respectivo análisis.

En cuanto a las otras temáticas, degradación hidrolítica, técnicas de grabado y adhesivos con HEMA, adhesivos libres de HEMA, se realizó el mismo procedimiento, cuya información se encuentra en el apartado de anexos.

a. Selección de palabras clave por temática

Tabla 1. Selección de palabras clave por temática de revisión		
Temática	Micromorfología de la capa híbrida	
Variable	Palabras clave	
Propiedades	Palabra clave	Hybrid layer
	Términos [MeSH] ingles	Hybrid layer, Dentin Odontoblasts Fibroblast
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Capa híbrida Dentina Odontoblastos Fibroblastos
	Sinónimos / Términos relacionados	Dentina infiltrada, sustrato dentinal, dentina desmineralizada
Conformación	Palabra clave	Hybrid and dentin layer content
	Términos [MeSH] ingles	Hydroxyapatite Collagen fiber mesh
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Hidroxiapatita Malla de fibras colágenas Proteínas de colágeno dentinal Túbulos dentinales
	Sinónimos / Términos relacionados	

b. Estructuración de estrategia de búsqueda por temática

Tabla 2. Estrategia de búsqueda	
Temática	Capa híbrida: propiedades micromorfológicas
Propiedades	#1 hybrid layer AND structural chemical #2 Odontoblast AND Fibroblast #3 Dentin AND hybrid layer
Conformación	#1 Dentin AND hydroxyapatite #2 Collagen fiber mesh #3 Dental AND collagen AND dental #4 Dentin AND embryology AND histology #5 Dentina AND tubules

c. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temáticas en bases de datos

Tabla 3. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temática			
Temática	Capa híbrida		
Búsqueda	Algoritmo	Cantidad de artículos encontrados	Cantidad seleccionada por título/resumen

#1	hybrid layer AND structural chemical	134	
#2	Odontoblast AND Fibroblast	382	
#3	Dentin AND hybrid layer	843	
#1	Dentin AND hydroxyapatite	819	
#2	Collagen fiber mesh	122	
#3	Dental AND collagen AND dental	8.953	
#4	Dentin AND embryology AND histology	697	
#5	Dentinal AND tubules	1.939	

d. Preselección de artículos por temática

Tabla 4. Preselección de artículos por temática	
Temática	Capa híbrida
Base de datos	PUBMED
Algoritmo final	((hybrid layer AND structural chemical) AND (Odontoblast AND Fibroblast) AND (Dentin AND hybrid layer)) AND ((Dentin AND hydroxyapatite) AND (Collagen fiber mesh) AND (Dental AND collagen AND dental) AND (Dentin AND embryology AND histology) AND (Dentinal AND tubules))
Artículos preseleccionados	
Haralur SB, Alharthi SM, Abohasel SA, Alqahtani KM. Effect of Decontamination Treatments on Micro-Shear Bond Strength between Blood-Saliva-Contaminated Post-Etched Dentin Substrate and Composite Resin 2019 7, 4 Abstract Blood-saliva contamination negatively affects the bonding potential of adhesive agents. The study aimed to assess the effect of various cleaning protocols on micro-shear bond strength (μSBS) between blood-saliva-contaminated post-etched dentin and composite resin in total-etch and self-etch adhesives. The cleaning methods tested were water rinsing, 37.5% phosphoric acid (H₃PO₄) re-etching, 6% sodium hypochlorite (NaOCl), 2% chlorhexidine gluconate (CXG), isopropyl alcohol (IPA), and pumice. Nono-hybrid composite cylinders with a 3-mm diameter and 2-mm height were directly cured over the dentin substrate, stored for 24 h, and subjected to 12,000 thermocycles. The shear force was exerted with a 200-μm knife-edged chisel-shaped head from a universal testing machine. The type of failure was assessed with stereomicroscope magnified images. The obtained data were evaluated by Kruskal-Wallis and Mann-Whitney U post-hoc tests. Water-rinsed contaminated dentin surfaces showed substantially reduced μSBS in the total etch from 25.93 to 20.29 Mpa and the corresponding values for the one-step self-etch adhesive were 10.10 to 8.8. Re-etching with 37.5% H₃PO₄ resulted in a recovery of bonding potential in both total-etch (24.58 Mpa) and self-etch adhesive (9.23 Mpa). Alternately, NaOCl and pumice cleaning showed promising results for the total-etch (23.51 Mpa) and self-etch (7.79 Mpa)	
Marshall, G., Marshall, S., Kinney, J., & Balooch, M. . The dentin substrate: structure and properties related to bonding. Journal of Dentistry 1997 25(6), 441 – 458 Abstract OBJECTIVES:Dentin is a vital, hydrated composite material with structural components and properties that vary with location. These variations are reviewed along with alterations by physiological and pathological changes that allow classification into various forms of dentin. Structural characteristics and mechanical properties are reviewed and the limitations of our understanding of structure-property relationships for normal and modified forms of dentin are discussed with respect to their impact on dentin bonding. Recent progress in methods available to study dentin and its demineralization are emphasized with their promise to increase our understanding of dentin properties and structure. DATA SOURCES:Recent microstructural studies, focusing on scanning electron microscopy, atomic force microscopy and X-ray tomographic microscopy are included. A review of fundamental studies with emphasis on microstructurally sensitive methods, and prior reviews of basic mechanical properties are included with discussion	

of their correlation to composition and structure.

STUDY SELECTION AND CONCLUSIONS:Emphasis in this work was placed on the major structural components of the tissue, including the collagen based organic matrix and its mineral reinforcement, the distribution of these components and their microstructural organization as related to mechanical properties and response to demineralization. Little information is included on biochemical and developmental studies or on non-collagenous proteins and other organic components for which limited understanding is available with respect to their role in structure-property relations and influence on bonding. In spite of the fact that the complexity of dentin precluded a comprehensive review, it is clear that local structural variations influence properties and impact nearly all preventive and restorative dental treatments. Much more work is needed in order to understand differences between vital and non-vital dentin, and dentin from extracted teeth. Although our knowledge is rudimentary in certain areas, increasingly sophisticated methods of studying dentin should provide the necessary information to model structure-property relations, optimize dentin bonding, and improve many aspects of preventive and restorative dentistry.

Hashmi A 1 , Sodhi RNS 2 , Kishen A 3 . Interfacial Characterization of Dentin Conditioned with Chitosan Hydroxyapatite Precursor Nanocomplexes Using Time-of-flight Secondary Ion Mass Spectrometry. J Endon 2019. Oct 5

Abstract

INTRODUCTION:The purpose of this study was to evaluate the effect of chitosan-hydroxyapatite precursor (C-HA) nanocomplex conditioning on the chemical modifications at the tricalcium silicate sealer-dentin interface using time-of-flight secondary ion mass spectrometry.

METHODS: Dentin slabs from human premolar root dentin were prepared, demineralized, and randomly distributed between control and C-HA nanocomplex conditioned groups. Tricalcium silicate sealer was applied, and the slabs were allowed to set in 100% humidity for 10 days. The cross-sectional area was exposed, and the sealer-dentin interface was characterized for chemical/ultrastructural evaluation with time-of-flight secondary ion mass spectrometry and transmission electron microscopy, respectively.

RESULTS: Chemical analysis revealed the presence of an ion-rich layer constituted of abundant phosphates (PO_2^- , PO_3^- , and PO_4^-), hydroxide (OH^-), and chitosan fragments ($\text{C}_2\text{H}_4\text{NO}^-$, $\text{C}_3\text{H}_4\text{NO}_2^-$, $\text{C}_2\text{H}_5\text{O}_2^+$, $\text{C}_2\text{H}_6\text{NO}^+$, $\text{C}_4\text{H}_6\text{NO}_2^+$, $\text{C}_5\text{H}_6\text{NO}^+$, and $\text{C}_5\text{H}_5\text{O}_2^+$) on the dentin surface at the sealer-dentin interface and subsurface dentin after conditioning with C-HA nanocomplexes. In contrast, a decreased interfacial presence of calcium (Ca^+) and calcium phosphates (CaPO_2^+ , CaPO_3^+ , CaPO_4^+ , and Ca_2PO_3^+) and the absence of phosphate fragments in the control were noted. Ultrastructural evaluation showed an interfacial layer ($<1\ \mu\text{m}$) with interrupted mineral aggregates in the controls as opposed to a continuous ($5\ \mu\text{m}$) mineral layer formation on the conditioned dentin.

CONCLUSIONS:C-HA nanocomplex conditioning of dentin before tricalcium silicate sealer application resulted in a chemically modified dentin substrate with an ion-rich layer consisting of phosphate, calcium, calcium phosphates, and chitosan that chemically modified the dentin surface/subsurface.

Silva, J., Hoffman, O., Rossell, R., & Rodríguez, D. Principios de adhesión dentinaria. ODOUS Científica - Revista de la Facultad de odontología Universidad de Carabobo 2002, 3(2)

Resumen

Después de la preparación de la cavidad con instrumentos rotatorios, la superficie está cubierta con una capa de residuos. Esta capa no es un sustrato ideal para adherirse, ya que posee una fuerza coherente de sólo 5 Mpa (Pashley, 1991). Para alcanzar una alta fuerza de unión, la resina debe unirse a la dentina. Esto puede ser realizado modificando o removiendo la capa de desechos. El concepto de adhesión dentinaria está basado en la creación de una capa híbrida en la interfase dentina-resina. La capa híbrida (Nakabayashi, 1982) es una zona de interdifusión de resina, fibras colágenas y dentina parcialmente desmineralizada. El método actual para lograrlo está representado por los Primers autoacondicionantes. Estos Primers contienen ácidos débiles que penetran y disuelven la capa de residuos y desmineralizan al sustrato dentinario. Cuando se está desmineralizando la dentina, la malla de fibras colágenas de la dentina es expuesta y simultáneamente infiltrada con el monómero hidrofílico del Primer. La desmineralización puede ser limitada por la función buffer de los iones liberados de los minerales disueltos (Wang-Hune, 1988). Los remanentes de la capa de residuos son integrados a la capa adhesiva, como material de relleno. Esto no representa ningún problema, ya que la capa de residuos es de sólo 0,2 a 0,5 μm de espesor (Tay y col., 2002). El segundo método es el acondicionamiento de la dentina con ácidos fuertes (ácido fosfórico) para disolver completamente la capa de residuos y desmineralizar la capa de dentina. El ácido y los remanentes de la capa de residuos son lavados con agua, quedando expuestas la superficie dentinaria y la malla de fibras colágenas. El siguiente paso consiste en colocar un Primer que contiene monómeros hidrofílicos que se

infiltran en la malla de colágeno, tan profundo como penetre el ácido en la superficie dentinaria; las fibrillas de colágeno expuestas se van a expandir debido a la humedad presente. Sin embargo, el secado con chorro de aire o la desecación de la superficie hace colapsar las fibrillas colágenas. Esto reduce los espacios entre las fibras colágenas actuando como una barrera inhibiendo la difusión y la penetración del Primers (Pashley y col., 1995). Las fibrillas de colágeno colapsadas pueden ser expandidas hasta un 100% de sus dimensiones iniciales, agregando agua a la malla de colágeno, es decir, remojando la superficie de dentina reseca (Carvalho y col., 1996) y esto puede ofrecer el mismo potencial de adhesividad (Finger y Balkenohl, 2000; Wahl y col., 2001).

Guo H, Gong C, Zeng X, Xu H, Zeng Q, Zhang J, Xie J. Isopolymolybdate-based inorganic-organic hybrid compounds constructed by multidentate N-donor ligands: syntheses, structures and properties Dalton Trans 2019. 48(18) 5541 -5550

Abstract

Taking advantage of isopolymolybdate $[(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}\cdot 4\text{H}_2\text{O}]$ as a POM building block with multidentate N-donor molecules (tris[(2-pyridyl)methyl]amine = TPMA, 1-(tetrazo-5-yl)-3-(triazol-1-yl)benzene = 1,3-ttb) as organic ligands, five different inorganic-organic hybrid compounds were synthesized and characterized by single-crystal X-ray diffraction, infrared spectroscopy (IR) and powder X-ray diffraction (PXRD). Compound 1 is a Mo(vi)-based structure in which the TPMA ligand shows a tridentate coordination mode, which bears an uncoordinated pyridyl arm, and can further react with transition metals. Compound 2 exhibits a Cu(ii)-based zero-dimensional (0D) structure consisting of the TPMA ligand and $[\beta\text{-Mo}_8\text{O}_{26}]$ polyanion. Compounds 3 and 4 have the same molecular formula with slight structural differences; both have the Co(ii)-based one-dimensional (1D) chain structure. Compared to the $\beta\text{-Mo}_8\text{O}_{26}$ polyanion in compound 3, the $[\text{Mo}_8\text{O}_{28}]^{8-}$ units condense via sharing two common terminal O atoms to form infinite $[\text{Mo}_8\text{O}_{26}]_n^{4n-}$ chains in compound 4. Compound 5 is a Cu(ii)-based two-dimensional (2D) layer structure consisting of TPMA and 1,3-ttb mixed ligands and $[\beta\text{-Mo}_8\text{O}_{26}]$. In addition, the electrochemical properties and photocatalytic activities for the degradation of two types of organic dyes were explored for several compounds.

Carrillo, C. Capa Híbrida. Revista de la Asociación Dental Mexicana, 2005; 62(5), 181-184

Resumen

La capa híbrida es el resultado de la difusión e impregnación de monómeros en la subsuperficie de los substratos de dentina pre-tratada. El desarrollo de sistemas adhesivos que infiltran a la superficie de dentina desmineralizada por monómero de resinas y que se combinan con la colágena para formar una capa que es una mezcla de diente y resina es un paradigma en odontología restauradora que podría sellar la interfase dentina-material restaurador, previniendo la presencia de hipersensibilidad y caries recurrente.

Al-Obaida MI, Moukaddem R, Allahem Z, AbdulWahed A, AlOnaizan FA, Al-Madi EM. Comparison of bacterial removal from dentinal tubules with different irrigant agitation techniques: An in vitro study Saudi Dent J, 2019;31(4) 431- 436

Abstract

AIM: This investigation was conducted to assess the ability of various irrigant agitation devices to eradicate *Enterococcus faecalis* from the dentinal tubules of extracted teeth.

METHODOLOGY: Fifty roots of extracted human teeth were instrumented to size 30 k with a 0.04 taper. The roots were autoclaved and then injected with *E. faecalis*. The canals were assigned to one of four intervention groups and disinfected using (A) standard needle irrigation, (B) EndoUltra® Ultrasonic Activator, (C) the EndoActivator system, or (D) EDDY sonic activation and to two control groups that were (E) treated with saline and (F) not inoculated with any bacteria. The roots were split in half, dyed with a LIVE/DEAD Back Light Bacterial Viability Kit, and then scanned with a confocal laser scanning microscope (CLSM) to identify live/dead bacteria in the dentinal tubules.

RESULTS: CLSM images revealed differences among the groups. Both the EndoUltra® Ultrasonic Activator group and the EDDY group had a combination of dead and live bacteria, while the EndoActivator group had mostly dead bacteria, in contrast to single needle irrigation which had mostly live bacteria. Activation of the irrigating solution resulted in more dead bacteria than standard needle irrigation at the coronal, middle, and apical parts of the roots. Overall, the EndoActivator system was superior to all other techniques in reducing live bacteria within the root canal.

CONCLUSION: Activation of sodium hypochlorite with sonic and ultrasonic systems dramatically reduced live bacteria contamination in the dentinal tubules of infected root canals

4. Selección de palabras clave por temática (criterios para la selección e inclusión de artículos)

Los artículos preseleccionados se obtendrán en su texto completo y se les aplicarán los siguientes criterios de selección de acuerdo a cada temática para la revisión final.

Criterios de selección de artículos

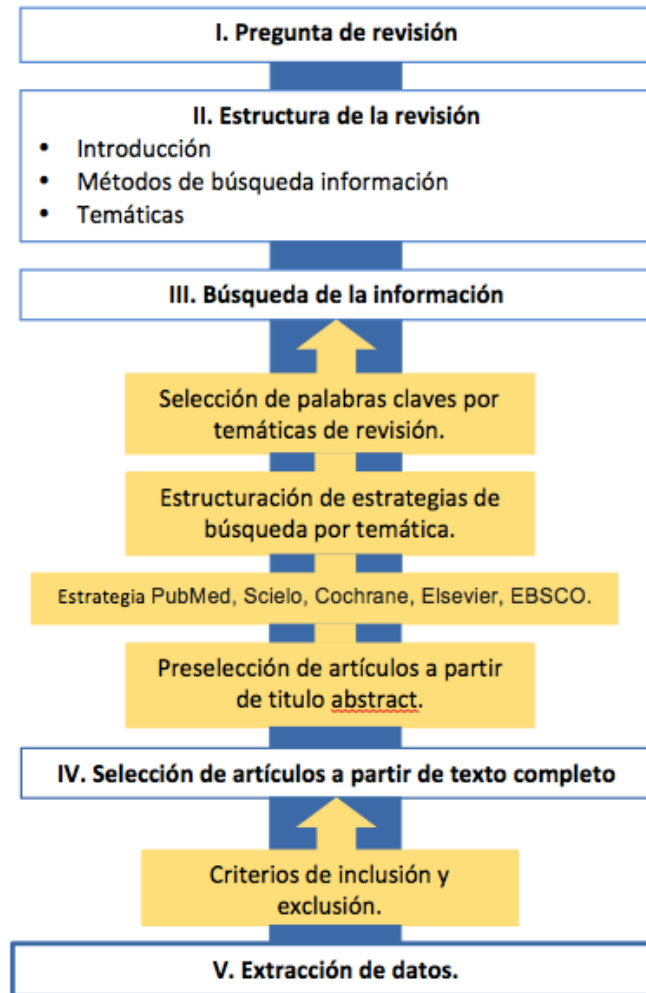
- Se seleccionarán todos los artículos publicados hasta Octubre del 2019.
- Se seleccionarán todos los artículos publicados sin restricción de tiempo y periodo con anterioridad a Octubre del 2019.

5. Proceso de extracción de información de artículos por temática

Se realizará una tabla para el proceso de extracción de datos de cada artículo, las cuales tendran en cuenta específicamente las referencias, abstracts y temáticas de cada artículo y la extracción de datos de cada temática, con el fin de identificar de todos los artículos los cuales aplican para cada una de las temáticas.

A cada artículo se le extraerán los siguientes datos que están consignados los cuales quedaran consignados en una tabla:

- Citación estudio/ país
- Grupos de estudio
- Método de evaluación
- Parámetros de evaluación
- Seguimiento
- Conclusiones
- Observaciones



a. Selección de palabras clave por temática

Temática	Degradación hidrolítica	
Variable	Palabras clave	
Proceso de degradación	Palabra clave	Hybridization
	Términos [MeSH] ingles	Hydrophilic monomers Proteolytic activity Nanofuges Resin induced remineralization Esterases
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Monómeros hidrofílicos Actividad proteolítica Nanofugas Remineralización inducida por resinas Esterasas
	Sinónimos / Términos relacionados	Interfase dentina-resina, ruptura por fatiga clínica
Prevención de la	Palabra clave	Degradation prevention
	Términos [MeSH] ingles	Ionization

degradación hidrolítica		Phytic acid Phosphoric acid Bacterial collagenase Remineralization
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Ionización Ácido fítico Ácido fosfórico Colagenasa bacteriana Remineralización
	Sinónimos / Términos relacionados	Inhibidores de degradación

Estructuración de estrategia de búsqueda por temática

Tabla 2. Estrategia de búsqueda	
Temática	Degradación hidrolítica
#1	Hydrophilic AND monomers
#2	Proteolytic AND activity
#3	Nanofuges
#4	Resin AND induced AND remineralization
#5	Esterases
#6	Ionization
#7	Phytic AND acid AND effect
#8	Phosphoric acid AND effect
#9	Bacterial collagenase
#10	Remineralization

Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temáticas en bases de datos

Tabla 3. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temática			
Temática	Degradación hidrolítica		
Búsqueda	Algoritmo	Cantidad de artículos encontrados	Cantidad seleccionada por título/resumen
#1	Hydrophilic AND monomers	2.920	
#2	Proteolytic AND activity AND dentinal	103	
#3	Nanofuges AND dentinal	20	
#4	Resin AND induced AND remineralization AND dental AND restoration	20	
#5	Esterases AND dentinal	663	
#1	Ionization AND dentinal	65	
#2	Phytic AND acid AND effect	2.109	
#3	Phosphoric AND acid AND effect AND dentinal	1.183	
#4	Bacterial AND collagenase AND effect AND dentinal	35	
#5	Remineralization AND dentinal	906	

Preselección de artículos por temática

Tabla 4. Preselección de artículos por temática	
Temática	Degradación hidrolítica
Base de datos	PubMed
Algoritmo final	((Hydrophilic AND monomers) AND (Proteolytic AND activity AND dental) AND (Nanofuges) AND (Resin AND induced AND remineralization AND dental AND restoration) AND (Esterases AND dental)) AND ((Ionization AND dental) AND (Phytic AND acid AND effect) AND (Phosphoric AND acid AND effect) AND (Bacterial AND collagenase AND effect AND dental) AND (Remineralization AND dental)))
Artículos preseleccionados	
Jiang X, Wu J, Zhang L, Cheng Z, Zhu X. A Facile Strategy for Catalyst Separation and Recycling Suitable for ATRP of Hydrophilic Monomers Using a Macroligand. <i>Macromol Rapid Commun.</i> 2016 Jan;37(2):143-148 Abstract How to simply and efficiently separate and recycle catalyst has still been a constraint for the wide application of atom transfer radical polymerization (ATRP), especially for the polymerization systems with hydrophilic monomers because the polar functional groups may coordinate with transition metal salts, resulting in abundant catalyst residual in the resultant water-soluble polymers. In order to overcome this problem, a latent-biphasic system is developed, which can be successfully used for ATRP catalyst separation and recycling in situ for various kinds of hydrophilic monomers for the first time, such as poly(ethylene glycol) monomethyl ether methacrylate (PEGMA), 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA), 2-(dimethylamino)ethyl methacrylate (DMAEMA), N,N-dimethyl acrylamide (DMA), and N-isopropylacrylamide (NIPAM). Herein, random copolymer of octadecyl acrylate (OA), MA-Ln (2-(bis(pyridin-2-ylmethyl)amino)ethyl acrylate), and POA-ran-P(MA-Ln) is designed as the macroligand, and heptane/ethanol is selected as the biphasic solvent. Copper(II) bromide (CuBr₂) is employed as the catalyst, PEG-bound 2-bromo-2-methylpropanoate (PEG350 -Br) as the water-soluble ATRP initiator and 2,2'-azobis(isobutyronitrile) (AIBN) as the azo-initiator to establish an ICAR (initiators for continuous activator regeneration) ATRP system. Importantly, well-defined water-soluble polymers are obtained even though the recyclable catalyst is used for sixth times.	
Hass V, Abuna G, Pinheiro Feitosa V, Martini EC, Sinhoretí MA, Furtado Carvalho R, Coelho Bandéca M, Sauro S, Loguercio AD. Self-Etching Enamel Bonding Using Acidic Functional Monomers with Different-length Carbon Chains and Hydrophilicity. <i>J Adhes Dent.</i> 2017;19(6):497-505. Abstract PURPOSE: To compare the enamel bonding performance of two commercial and three experimental two-step self-etch adhesives containing acidic functional monomers with different carbon-spacer length and hydrophilicity. The contact angle was also assessed to evaluate the wettability of each tested material. MATERIALS AND METHODS: Forty extracted human molars were sectioned into four parts (buccal, lingual, mesial, and distal) and divided into 5 groups, according to the adhesives used: Clearfil SE Bond (CSE), AdheSE (ADSE), 10-MDP (15 mol% 10-methacryloyldecylphosphate), CAP-P (15 mol% caprolactone phosphate), and MTEP (15 mol% methacryloyltetraethylene phosphate). Enamel specimens were bonded with each adhesive and submitted to microshear bond strength (μSBS) testing after 24 h. The adhesives were applied onto additional enamel specimens without light curing to assess contact angle. Then the etching pattern was analyzed using SEM and confocal laser scanning microscopy (CLSM). The μSBS and contact angle data were analyzed by one-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). RESULTS: 10-MDP showed the highest μSBS of the tested groups ($p < 0.05$), followed by CAP-P and CSE ($p < 0.05$). MTEP and ADSE exhibited the lowest μSBS ($p < 0.05$), but the difference between them was not significant. 10-MDP, CSE, and CAP-P exhibited lower contact angles ($p < 0.05$) than did ADSE and MTEP. The SEM and CLSM analyses showed that 10-MDP and CSE had the most pronounced etching patterns and deepest adhesive penetration. ADSE and MTEP exhibited weak etching ability and adhesive penetration, while CAP-P	

produced moderate etching and intermediate penetration.

CONCLUSIONS: The length and hydrophilicity of the functional monomer spacer chain tested in this study influenced the enamel bonding performance. Functional monomers with longer chains and more hydrophobic properties, such as 10-MDP and CAP-P, may interact better with enamel and achieve higher enamel bond strength

Kong, K., Hiraishi, N., Nassar, M., Otsuki, M., Yiu, C., & Tagami, J. Effect of phytic acid etchant on resin-dentin bonding: Monomer penetration and stability of dentin collagen. *Journal of Prosthetic Research*, 2016 6(3), 251 – 258

Abstract

PURPOSE: Phytic acid (IP6) works well as an etchant in dentin bonding to remove the smear layer due to its acidity and chelating effect. This study compared the etching effect of IP6 with phosphoric acid (PA) and ethylenediaminetetraacetic acid (EDTA) on resin-dentin bond strength, micromorphology of the etched dentin surface and nanoleakage formation along resin-dentin interfaces and compared the protecting effect against collagen degradation.

METHODS: Dentin disks and flat dentin surfaces were obtained from extracted human teeth. Specimens were etched with 35% PA (15s), 0.5M EDTA (30s) or 1% IP6 (30s). The surfaces and longitudinal sections of the etched dentin disks were observed using field emission scanning electron microscope (FE-SEM). An etch-and-rinse adhesive was used to create composite build up-specimens for microtensile bond strength (μ TBS) testing and nanoleakage observation. To evaluate the effect on collagen degradation, demineralized bovine root dentin blocks were challenged with bacterial collagenase and then observed under light microscope.

RESULTS: PA- and EDTA- treated groups showed significantly lower μ TBS when compared to IP6-treated group. PA showed distinct nanoleakage and severe collagen degradation. Only slight nanoleakage was detected in IP6 group. IP6 showed better effect than EDTA in preventing collagen degradation induced by bacterial collagenase.

CONCLUSIONS: IP6 effectively removed the smear layer and etched dentin, providing high bond strength values and causing minimal nanoleakage and slight collagen degradation.

Fang H, Li QL, Han M, Mei ML, Chu CH Anti-proteolytic property and bonding durability of mussel adhesive protein-modified dentin adhesive interface. *Int Mater*. 2017 Oct;33(10):1075-1083.

Abstract

OBJECTIVES: To evaluate the effect of mussel adhesive protein (MAP) on collagenase activity, dentin collagen degradation and microtensile dentin bond strength (μ TBS).

METHODS: Three groups were designed: 1. experimental group: treated with MAP; 2. positive control: treated with GM6001 (collagenase-inhibitor); 3. negative control: treated with distilled water (DW). For collagenase activity, Clostridiopeptidase-A was added to each group (n=5), and collagenase activity was assessed by colorimetric assay. For dentin collagen degradation, thirty dentin slabs were allocated to the three above groups (n=10). Dentin collagen degradation was evaluated by measuring released hydroxyproline by colorimetric assay after being incubated in Clostridiopeptidase-A for 7 days. For microtensile bond strength, sixty human third molars with flat dentin surfaces were etched by phosphoric acid and then assigned to the three above groups (n=20). An etch-and-rinse adhesive system was applied to all three groups as stated in standard clinic protocol. The test of μ TBS was performed before and after thermocycling and collagenase challenge.

RESULTS: The collagenase activities (nmol/min/mg) in the group of MAP was significantly less inactive compared to the group of GM6001 and DW (MAP<GM6000<DW, p<0.01). The hydroxyproline concentrations (μ g/mL) was significantly less in the group of MAP compared to the group of GM6001 and DW (MAP<GM6000<DW, p<0.01). While there was no significant difference in the immediate μ TBS (MPa) among three groups (p>0.06), the value of μ TBSs after thermocycling and collagenase challenge was significantly greater in the group of MAP and GM6001 compared to the group of DW (MAP, GM6000>DW, p<0.001).

SIGNIFICANCE: MAP inhibits collagenase activity, prevents dentin collagen degradation, and delays the deterioration of the dentin bonding of composite restoration over time

Betancourt, D., Baldion, P., & Castellanos, J. Resin-Dentin Bonding Interface: Mechanisms of Degradation and Strategies for Stabilization of the Hybrid Layer. *International Journal of Biomaterials*, 2019 1-11

Abstract

Several studies have shown that the dentin-resin interface is unstable due to poor infiltration of resin monomers into the demineralized dentin matrix. This phenomenon is related to the incomplete infiltration of the adhesive

system into the network of exposed collagen fibrils, mainly due to the difficulty of displacement and subsequent replacement of trapped water between interfibrillar spaces, avoiding adequate hybridization within the network of collagen fibrils. Thus, unprotected fibrils are exposed to undergo denaturation and are susceptible to cyclic fatigue rupture after being subjected to repetitive loads during function. The aqueous inclusions within the hybrid layer serve as a functional medium for the hydrolysis of the resin matrix, giving rise to the activity of esterases and collagenolytic enzymes, such as matrix metalloproteinases, which play a fundamental role in the degradation process of the hybrid layer. Achieving better interdiffusion of the adhesive system in the network of collagen fibrils and the substrate stability in the hybrid layer through different strategies are key events for the interfacial microstructure to adequately function. Hence, it is important to review the factors related to the mechanisms of degradation and stabilization of the hybrid layer to support the implementation of new materials and techniques in the future. The enzymatic degradation of collagen matrix, together with resin leaching, has led to seeking strategies that inhibit the endogenous proteases, cross-linking the denuded collagen fibrils and improving the adhesive penetration removing water from the interface. Some of dentin treatments have yielded promising results and require more research to be validated. A longer durability of adhesive restorations could resolve a variety of clinical problems, such as microleakage, recurrent caries, postoperative sensitivity, and restoration integrity.

Suo L, Li Z, Luo F, Chen J, Jia L, Wang T, Pei X, Wan Q. Effect of dentin surface modification using carbon nanotubes on dental bonding and antibacterial ability [Dent Mater J](#). 2018 Mar 30;37(2):229-23

Abstract

This study developed carbon nanotube coatings for the dentin surface and investigated the bonding strength and the in vitro antibacterial properties of carbon nanotube-coated dentin. Single-walled carbon nanotubes and multi-walled carbon nanotubes were first modified and then characterized using Fourier-transform infrared spectroscopy, scanning electron microscope, and transmission electron microscopy. Second, dentin samples were coated using either single-walled carbon nanotubes or multi-walled carbon nanotubes and observed under a scanning electron microscope. Then, the shear bonding strength and antibacterial properties of the dentin samples were tested. The results showed that both modified single-walled carbon nanotubes and multi-walled carbon nanotubes formed a stable coating on the dentin surface without affecting the shear bonding strength. Moreover, the antibacterial properties of the single-walled carbon nanotube-coated samples was obviously superior to those of the multi-walled carbon nanotube-coated samples. Consequently, single-walled carbon nanotube coating may be an antibacterial agent for potential application in the dental bonding field.

Wahl , D., & Czemuska, J. Collagen - hidroxyapatite composites for hard tissue repair. *European Cells and Materials*, 2006 .11, 43 – 56

Abstract

Bone is the most implanted tissue after blood. The major solid components of human bone are collagen (a natural polymer, also found in skin and tendons) and a substituted hydroxyapatite (a natural ceramic, also found in teeth). Although these two components when used separately provide a relatively successful mean of augmenting bone growth, the composite of the two natural materials exceeds this success. This paper provides a review of the most common routes to the fabrication of collagen (Col) and hydroxyapatite (HA) composites for bone analogues. The regeneration of diseased or fractured bones is the challenge faced by current technologies in tissue engineering. Hydroxyapatite and collagen composites (Col-HA) have the potential in mimicking and replacing skeletal bones. Both in vivo and in vitro studies show the importance of collagen type, mineralisation conditions, porosity, manufacturing conditions and crosslinking. The results outlined on mechanical properties, cell culturing and denovo bone growth of these devices relate to the efficiency of these to be used as future bone implants. Solid free form fabrication where a mould can be built up layer by layer, providing shape and internal vascularisation may provide an improved method of creating composite structures.

[Welch K, Cai Y, Engqvist H, Strømme M. Dental adhesives with bioactive and on-demand bactericidal properties. *Dent Mater*. 2010 May; 26 \(5\):491-9](#)

Abstract

OBJECTIVES: The aim of the present work was to perform the first in vitro evaluation of a new interfacial bond-promoting material-and-method concept for on-demand long term bacteria inhibition in dental restoration procedures.

METHODS: The bioactivity, mechanical bonding strength and photocatalytic bactericidal properties, induced by low dose ultraviolet-A (UV-A) irradiation of dental adhesives containing crystalline titania nanoparticles (NPs),

were analyzed.

RESULTS: Dental adhesives with a NP content of 20wt% were shown to be bioactive in terms of spontaneous hydroxylapatite formation upon storage in simulated body fluid and the bioactivity was found to be promoted by chemical etching of the adhesives. The mechanical bonding strength between the adhesives and a HA tooth model was shown to be unaffected by the NPs up to a NP content of 30wt%. Elimination of *Staphylococcus epidermidis* in contact with the adhesives was found to depend both on UV photocatalytic irradiation intensity and time. Efficient elimination of the bacteria could be achieved using a UV-A dose of 4.5J/cm² which is about 6 times below the safe maximum UV dose according to industry guidelines, and 20 times below the average UV-A dose received during an ordinary sun bed session.

SIGNIFICANCE: The combined features of bioactivity and on-demand bactericidal effect should open up the potential to create dental adhesives that reduce the incidence of secondary caries and promote closure of gaps forming at the interface towards the tooth via remineralization of adjacent tooth substance, as well as prevention of bacterial infections via on-demand UV-A irradiation.

Nakabayashi, N., Nakamura, M., & Yasuda, N. Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent*, 1991 3(4), 133 – 138

Abstract

A number of mechanisms (both mechanical and chemical) have been proposed as the cause of dentin adhesion. Extensive research in Japan during the past 10 years has shown that strong, long-lived bonds between resin and living dentin will form when a monomer such as 4-META, which contains both hydrophilic and hydrophobic chemical groups, penetrates the tissue and polymerizes in situ. This resin-impregnation creates a transitional "hybrid" layer, that is neither resin nor tooth, but a hybrid of the two. The thin layer of resin-reinforced dentin locks the two dissimilar substances together on a molecular level, sealing the surface against leakage and imparting a high degree of acid resistance

Bloch-Zupan A, Vaysse F. Hypophosphatasia: oral cavity and dental disorders*Arch Pediatr*. 2017 May;24(5S2):5S80-5S84.

Abstract

Dental anomalies exist in every subtype of hypophosphatasia (HPP), from the most severe to the most moderate, called odontohypophosphatasia. The forms are defined by the age at onset of the initial symptoms. These anomalies affect all dental mineralized tissues from enamel, dentin and cementum to alveolar bone in a gradient proportional to the severity of the disease. Early loss of the deciduous teeth, before 3 years of age, and then possibly of the permanent teeth, is due to an abnormality of the cementum, the tissue attaching the teeth to alveolar bone, and is the most frequent abnormality. Tooth loss is a very important diagnostic sign and needs to be recognized. Patients with HPP need specialized oral and dental care in coordination with the reference and expert centers. The oral and dental signs and their treatment remain poorly known. The recording of the abnormalities and their treatment in a registry is indispensable in order to enhance patient management and oral and dental health.

Balter V, Reynard B. Secondary ionization mass spectrometry imaging of dilute stable strontium labeling in dentin and enamel. *Bone*. 2008 Jan;42(1):229-34.

Abstract

The labeling of the zones of active mineralization in bone and tooth is usually achieved with calcium-binding fluorescent dyes. However, these compounds are labile and mostly lost during the maturation process of the growing tissue. Here we labeled mouse teeth using injections of dilute strontium (SrCl₂, 500 microg/ml), a trace element that is naturally incorporated in hydroxyapatite, and resolve the subtle induced compositional changes using secondary ion mass spectrometry (SIMS) imaging and analysis. Entire hemi-mandibles sampled at 14 and 28 days after birth are embedded in resin and polished along longitudinal sections. SIMS chemical imaging reveals the double Sr labeling both in dentin and enamel of molar teeth as two stripes with excess Sr concentration parallel to the dentino-enamel junction. In order to quantify the variations of the strontium/calcium ratio (Sr/Ca), two international standards were sintered and measured along with the samples. The concentration of Sr in the two stripes is about 300 microg/g, which corresponds to an enrichment factor of about 1.3-1.4 relative to the natural baseline. These results show that SIMS provides rapid and quantitative imaging of small abundances of stable isotopes in growing mineralized tissues with a sensibility that is at least two orders of magnitude higher than classical X-rays microanalysis.

[Yang H](#), [Li K](#), [Yan H](#), [Liu S](#), [Wang Y](#), [Huang C](#). High-performance therapeutic quercetin-doped adhesive for adhesive-dentin interfaces. [Sci Rep](#). 2017 Aug 15;7(1):8189

Abstract

Almost half of dental restorations have failed in less than 10 years, and approximately 60% of practice time has been consumed to replace these dental restorations. As such, contemporary dentin adhesives should be modified to treat secondary caries and prevent the degradation of adhesive-dentin interfaces. To achieve this goal, we developed a versatile therapeutic adhesive in the present study by incorporating quercetin, which is a naturally derived plant extract, into a commercial adhesive at three concentrations (100, 500 and 1000 µg/mL). An unmodified adhesive served as a control. The antibacterial ability on *Streptococcus mutans* biofilm, conversion degree, microtensile bond strength, failure modes, in situ zymography, nanoleakage expression and cytotoxicity of quercetin-doped adhesive were comprehensively evaluated. Results showed that the quercetin-doped adhesive (500 µg/mL) preserved its bonding properties against collagenase ageing and inhibited the growth of *S. mutans* biofilm. Efficient bonding interface sealing ability, matrix metalloproteinase inhibition and acceptable biocompatibility were also achieved. Thus, a simple, safe and workable strategy was successfully developed to produce therapeutic adhesives for the extension of the service life of adhesive restorations

a. Selección de palabras clave por temática

Tabla 1. Selección de palabras clave por temática de revisión		
Temática	Técnicas de grabado	
Variable	Palabras clave	
Grabado y enjuague	Palabra clave	Grabado
	Términos [MeSH] ingles	Shearing Etch & Prime All - etch Resin tags
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Cizallamiento Etch & Prime All - etch Tags de resina
	Sinónimos / Términos relacionados	Sistemas Adhesivos de Resina SAR
Autograbado	Palabra clave	Autograbado
	Términos [MeSH] ingles	Selft – etch
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Selft – etch
	Sinónimos / Términos relacionados	Autograbado y adhesivos universales

b. Estructuración de estrategia de búsqueda por temática

Tabla 2. Estrategia de búsqueda	
Temática	Técnicas de grabado
#1	Shearing AND Etch & Prime
#2	Shearing AND All & Etch
#3	hybrid layer AND resin tags
#4	Shearing AND Selft & Etch

c. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temáticas en bases de datos

Tabla 3. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temática			
Temática	Técnicas de grabado		
Búsqueda	Algoritmo	Cantidad de artículos encontrados	Cantidad seleccionada por título/resumen
#1	Shearing AND Etch & Prime	111	
#2	Shearing AND All & etch	809	
#3	hybrid layer AND resin tags	160	
#4	Shearing AND Selft & Etch	574	

d. Preselección de artículos por temática

Tabla 4. Preselección de artículos por temática	
Temática	Técnicas de grabado
Base de datos	PubMed
Algoritmo final	((Shearing AND Etch & Prime) AND (Shearing AND Etch & Prime) AND (hybrid layer AND resin tags) AND (Shearing AND Selft & Etch))
Artículos preseleccionados	
Lopes GC, Perdigão J, Baptista D, Ballarin A. Does a Self-etching Ceramic Primer Improve Bonding to Lithium Disilicate Ceramics? Bond Strengths and FESEM Analyses. Oper Dent. 2019 Mar/Apr;44(2):210-218. Abstract OBJECTIVE: To compare the effect of hydrofluoric acid (HF) vs self-etching ceramic primer on resin cement microshear bond strength (μSBS) and ultramorphology of lithium disilicate (LD) ceramic. METHODS AND MATERIALS: LD (IPS e.max CAD, Ivoclar Vivadent) blocks ($14 \times 4 \times 2$ mm³) were polished to 1200 grit and assigned to nine groups (n=5): CON: control, no LD surface treatment; IVO: 5.0% HF (IPS Ceramic Etching Gel, Ivoclar Vivadent); VIT: 5.0% HF (Vita Ceramics Etch, VITA Zahnfabrik); FGM: 5.0% HF (Condac Porcelana, FGM); ULT: 9.0% HF (Porcelain Etch, Ultradent); PRM: 9.6% HF (Premier Porcelain Etch Gel, Premier); BIS: 9.5% HF (Porcelain Etchant, Bisco Inc); DEN: 10.0% HF (Condicionador de Porcelanas, Dentsply Brazil); and MEP: self-etching ceramic primer (Monobond Etch & Prime, Ivoclar Vivadent). For all HF groups and control, an MDP-containing silane solution (MB⁺, Monobond Plus, Ivoclar Vivadent) was applied on rinsing the HF gel and air drying. Three transparent matrices for each specimen were filled with light-cured resin cement (Variolink Veneer, Ivoclar Vivadent). After storage in water for 48 hours at 37°C, specimens were tested in shear mode to measure μSBS. Mode of failure was analyzed at 50$\times$. Statistical analysis included one-way analysis of variance and the Duncan post hoc test ($\alpha=0.05$). Thirty-six additional LD specimens were assigned to the same experimental groups (n=4) and observed under a field-emission scanning electron microscope (FESEM) at magnifications ranging from 10,000$\times$ to 100,000$\times$. RESULTS: IVO resulted in statistically higher mean μSBS than all the other groups. MEP resulted in statistically lower μSBS than all HF groups. The failure mode for MEP was predominantly adhesive. The most frequent failure mode for the HF groups was mixed. CON resulted in 100% pretesting failures. For FESEM, no retentive pattern was observed for CON specimens. MEP resulted in the least pronounced etching pattern, few areas around crystals exhibited a slight increase in retention pattern compared to the control group. All HF gels created microporosities on the LD surface with distinct etching patterns. VIT and DEN resulted in an LD ultramorphology that suggested overetching. CONCLUSIONS: HF etching followed by a silane solution resulted in higher bond strengths than a self-etching	

ceramic primer. Some HF gels may cause overetching of the LD intaglio surface.

Ersu B, Ersoy O, Yuzugullu B, Canay S. Effect of engraving speeds of CO₂ laser irradiation on In-Ceram Alumina roughness: a pilot study. *Acta Odontol Scand*. 2015 May;73(4):280-4

Abstract

OBJECTIVES: The aim of the study was to determine the effect of CO₂ laser on surface roughness of In-Ceram-Alumina-ceramic.

MATERIALS AND METHODS:

Four aluminum-oxide ceramic disc specimens were prepared of In-Ceram Alumina. Discs received CO₂ laser irradiation with different engraving speeds (100, 400, 600 and 800 mm/min) as a surface treatment. The roughness of the surfaces was measured on digital elevation models reconstructed from stereoscopic images acquired by scanning-electron-microscope. Surface roughness data were analyzed with One-Way-Analysis-of-Variance at a significance level of $p < 0.05$.

RESULTS: There was no significant difference between the roughness values ($p = 0.82$). Due to higher laser durations, partial melting signs were observed on the surfaces. Tearing, smearing and swelling occurred on melted surfaces. Swelling accompanying melting increased the surface roughness, while laser power was fixed and different laser engraving speeds were applied.

CONCLUSION: Although different laser irradiation speeds did not affect the roughness of ceramic surfaces, swelling was observed which led to changes on surfaces.

Loguericio AD, Muñoz MA, Luque-Martinez I, Hass V, Reis A, Perdigão J. Does active application of universal adhesives to enamel in self-etch mode improve their performance? *J Dent*. 2015 Sep;43(9):1060-1070

Abstract

OBJECTIVES: To evaluate the effect of adhesion strategy on the enamel microshear bond strengths (μ SBS), etching pattern, and in situ degree of conversion (DC) of seven universal adhesives.

METHODS: 84 extracted third molars were sectioned in four parts (buccal, lingual, proximal) and divided into 21 groups, according to the combination of the main factors adhesive (AdheSE Universal [ADU], All-Bond Universal [ABU], Clearfil Universal [CFU], Futurabond U [FBU], G-Bond Plus [GBP], Prime&Bond Elect (PBE), and Scotchbond Universal Adhesive [SBU]), and adhesion strategy (etch-and-rinse, active self-etch, and passive self-etch). Specimens were stored in water (37°C/24h) and tested at 1.0mm/min (μ SBS). Enamel-resin interfaces were evaluated for DC using micro-Raman spectroscopy. The enamel-etching pattern was evaluated under a field-emission scanning electron microscope (direct and replica techniques). Data were analyzed with two-way ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$).

RESULTS: Active self-etch application increased μ SBS and DC for five out of the seven universal adhesives when compared to passive application ($p < 0.001$). A deeper enamel-etching pattern was observed for all universal adhesives in the etch-and-rinse strategy. A slight improvement in etching ability was observed in active self-etch application compared to that of passive self-etch application. Replicas of GBP and PBE applied in active self-etch mode displayed morphological features compatible with water droplets. The DC of GBP and PBE were not affected by the application/strategy mode.

CONCLUSIONS: In light of the improved performance of universal adhesives when applied actively in SE mode, selective enamel etching with phosphoric acid may not be crucial for their adhesion to enamel.

CLINICAL SIGNIFICANCE: The active application of universal adhesives in self-etch mode may be a practical alternative to enamel etching in specific clinical situations

Furukawa, M., Shigetani, Y., Finger, W., Hoffmann, M., Kanehira, M., Endo, T., & Komatsu, M. 2008. All-in-one self-etch model adhesives: HEMA-free and without phase separation. *Journal of dentistry* 2008 (36), 402-408

Abstract

Objective: Aim of this study was to design HEMA-free all-in-one self-etch model adhesives without phase separation, and to investigate their efficiency on extracted human teeth.

Materials and methods

Compositions of adhesives in mass% (1): UDMA (25), 4-META (20), H₂O (0, 1, 2, 5, 10, 20, 35, and 45), balance of acetone or ethanol. (2): UDMA (35), 4-META or 4-MET (28), H₂O (0, 2, 4, 5, 6, and 8), balance of acetone. Phase separation was evaluated on samples exposed to ambient atmosphere. Conventional shear bond strengths (SBS, $n = 8$) were determined on human enamel and dentin. Marginal adaptation (MGW, $n = 8$) was

assessed in cylindrical butt-joint dentin cavities.

Results: Solutions (1) and (2) with 5 and 8% or less water content, respectively, showed no phase separation. SBSs on enamel were not different within the acetone- or ethanol-group and between the adhesive groups (1). Water content of adhesives (2) was a significant determinant of enamel SBSs, groups with 4-META or 4-MET were not different ($p > 0.05$). Dentin SBSs with adhesives (1) were not different ($p > 0.05$) within solvent groups, yet higher for acetone-dissolved adhesives ($p < 0.05$). Dentin SBSs with adhesives (2) were different by water content and functional monomer ($p < 0.05$). MGW for solutions (1) were smaller with acetone-dissolved than with ethanol-dissolved adhesives ($p < 0.001$). Acetone solutions between 2 and 45% water content produced almost perfect marginal adaptation. Marginal adaptation of adhesives (2) was almost perfect at 5 through 8% water content.

Conclusions: Simplified HEMA-free self-etch adhesives without phase separation were prepared without compromises on bonding efficiency to enamel and dentin.

Donmez, N., Belli, S., Pashley, D., & Tay, F. 2005. Ultrastructural correlates of in vivo/in vitro bond degradation in self-etch adhesives. J Dent Res., 2005 84(4), 355- 359.

Abstract

The morphologic correlates of bond degradation in self-etching primers have not been fully elucidated. We hypothesized that there is no difference between the mechanism of degradation of self-etching primers in vivo and in vitro. Class I cavities prepared in vivo in 24 caries-free human molars were bonded with Clearfil SE Bond or Clearfil Protect Bond, and restored with resin composites. Eight teeth were extracted after 24 hrs, and the rest after 1 yr. The same protocol was repeated in vitro with extracted molars. Degradation of resin-dentin bonds was assessed by microtensile bond testing and TEM of interfaces after tracer immersion. Both in vivo and in vitro bond strengths decreased with time for SE Bond but not for Protect Bond, with more pronounced water treeing observed in the former adhesive under both aging conditions. There is no difference between the mechanism of degradation of self-etch adhesives in vivo or in vitro.

Gomes, M. (2004). Sistemas adhesivos autograbadores en esmalte: ventajas e inconvenientes. Av. Odontoestomatol, 20(4), 193 - 198.

Resumen

Se mide la resistencia adhesiva de cinco sistemas adhesivos autograbadores y se compara con dos monocomponentes, en esmalte bovino, utilizando cuatro protocolos de aplicación diferentes (según fabricante, con ácido, dos tiempos y dos capas). Asimismo se evalúan con MEB los patrones de grabado ácido de estos sistemas adhesivos, muy heterogéneos en los autograbadores. Todos los sistemas autograbadores presentan valores aceptables de resistencia adhesiva.

Román-Rodríguez JL, Perez-Barquero JA, Gonzalez-Angulo E, Fons-Font A, Bustos-Salvador JL. Bonding to silicate ceramics: Conventional technique compared with a simplified technique Clin Exp Dent. 2017 Mar 1;9(3):e384-e386

Abstract

BACKGROUND: Silicate ceramic bonding is carried out by acid-etching with hydrofluoric acid (HF) followed by an application of silane. By replacing HF with ammonium polyfluoride, contained in the same flask as the silane, the number of steps in this clinical procedure, can be reduced, while maintaining bond strength values, and reducing toxicity. A shear bond test was performed to compare the conventional and the simplified surface treatment techniques.

MATERIAL AND METHODS: Twenty ceramic samples were fabricated from IPS emax CAD® ceramic (Ivoclar Vivadent) and divided into two groups (G1 and G2) (n=10). The conventional technique was applied to G1 samples, and the simplified technique to G2 samples. A resin cement cylinder was bonded to each sample. Afterwards, samples underwent shear bond strength testing in a universal test machine.

RESULTS: G1 obtained 26.53 ± 6.33 MPa and G2 23.52 ± 8.41 MPa, without statistically significant differences between the two groups.

CONCLUSIONS: Monobond Etch&Prime appears to obtain equivalent results in terms of bond strength while simplifying the technique. Further investigation is required to corroborate these preliminary findings. **Key**

words: Shear bond strength, surface treatment, bonding to ceramic, hydrofluoric acid, ammonium polyfluoride.

Guimarães HAB, Cardoso PC, Decurcio RA, Monteiro LJE, de Almeida LN, Martins WF, Magalhães APR. Simplified Surface Treatments for Ceramic Cementation: Use of Universal Adhesive and Self-Etching

Ceramic Primer. [J Biomater.](#) 2018 Dec 31;2018:2598073

Abstract

The aim of this study was to evaluate the shear bond strength of resin cement and lithium disilicate ceramic after various surface treatments of the ceramic. Sixty blocks of ceramic (IPS e.max Press, Ivoclar Vivadent) were obtained. After cleaning, they were placed in polyvinyl chloride tubes with acrylic resin. The blocks were divided into six groups (n=10) depending on surface treatment: H/S/A - 10% Hydrofluoric Acid + Silane + Adhesive, H/S - 10% Hydrofluoric Acid + Silane, H/S/UA - 10% Hydrofluoric Acid + Silane + Universal Adhesive, H/UA - 10% Hydrofluoric Acid + Universal Adhesive, MBEP/A - Monobond Etch & Prime + Adhesive, and MBEP - Monobond Etch & Prime. The light-cured resin cement (Variolink Esthetic LC, Ivoclar Vivadent) was inserted in a mold placed over the treated area of the ceramics and photocured with an LED for 20 s to produce cylinders (3 mm x 3 mm). The samples were subjected to a shear bond strength test in a universal test machine (Instron 5965) by 0.5 mm/min. ANOVA and Tukey tests showed a statistically significant difference between groups ($p < 0.05$). The results of the shear strength test were H/S/A (9.61 ± 2.50)^A, H/S (10.22 ± 3.28)^A, H/S/UA (7.39 ± 2.02)^{ABC}, H/UA (4.28 ± 1.32)^C, MBEP/A (9.01 ± 1.97)^{AB}, and MBEP (6.18 ± 2.75)^{BC}. The H/S group showed cohesive failures, and the H/UA group was the only one that presented adhesive failures. The conventional treatment with hydrofluoric acid and silane showed the best bond strength. The use of a new ceramic primer associated with adhesive bonding obtained similar results to conventional surface treatment, being a satisfactory alternative to replace the use of hydrofluoric acid.

Tabla 1. Selección de palabras clave por temática de revisión

Temática	Adhesivos	
Variable	Palabras clave	
Adhesivos con hema	Palabra clave	Adhesivos con hema
	Términos [MeSH] ingles	Adhesives Methacrylate Solvents
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Adhesivos Metacrilato Solventes
	Sinónimos / Términos relacionados	Adhesivos universales , Interfase dentina-restauración, enlace dental
Adhesivos libres de hema	Palabra clave	Adhesivos libres de hema
	Términos [MeSH] ingles	Primers Cytotoxicity
	Términos [DeSC] español/ inglés/ portugués	Citotoxicidad Primers
	Sinónimos / Términos relacionados	Sustitutos de metacrilato

Estructuración de estrategia de búsqueda por temática

Tabla 2. Estrategia de búsqueda

Temática	Adhesivos
#1	Adhesives AND dental
#2	Methacrylate AND effect AND adhesives
#3	Solvents AND etanol AND adhesion AND dental
#4	Solvents AND acetone AND adhesion AND dental

#5	Solvent AND wáter AND adhesion AND dental
#6	Primers AND restoration AND dental
#7	Cytotoxicity AND adhesives AND dental

Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temáticas en bases de datos

Tabla 3. Resultados de aplicación de estrategia de búsqueda por temática			
Temática	Adhesivos		
Búsqueda	Algoritmo	Cantidad de artículos encontrados	Cantidad seleccionada por título/resumen
#1	Adhesives AND dental	29.830	
#2	Methacrylate AND effect AND adhesives	3.888	
#3	Solvents AND etanol AND adhesion AND dental	386	
#4	Solvents AND acetone AND adhesion AND dental	230	
#5	Solvent AND water AND adhesion AND dental	544	
#6	Primers AND restoration AND dental	909	
#7	Cytotoxicity AND adhesives AND dental	474	

Preselección de artículos por temática

Tabla 4. Preselección de artículos por temática	
Temática	Adhesivos
Base de datos	PubMed
Algoritmo final	((Adhesives AND dental) AND (Methacrylate AND effect AND adhesives) AND (Solvents AND etanol AND adhesion AND dental) AND (Solvents AND acetone AND adhesion AND dental) AND (Solvent AND water AND adhesion AND dental)) AND ((Primers AND restoration AND dental) AND (Cytotoxicity AND adhesives AND dental)))
Artículos preseleccionados	
Bedran A, Leme A, Vidal C, Teixeira C. An Overview of Dental Adhesive Systems and the Dynamic Tooth-Adhesive Interface Dent Clin North Am. 2017 Oct;61(4):713-731. Abstract From the conception of resin-enamel adhesion to today's contemporary dental adhesive systems, clinicians are no longer afraid of exploring the many advantages brought by adhesive restorative concepts. To maximize the performance of adhesive-based restorative procedures, practitioners must be familiar with the mechanism of adhesion, clinical indications, proper handling, the inherent limitations of the materials and the biological challenges. This review provides an overview of the current status of restorative dental adhesives, their mechanism of adhesion, mechanisms of degradation of dental adhesive interfaces, how to maximize performance, and future trends in adhesive dentistry. Chigira H, Manabe A, Itoh K, Wakumoto S, Hayakawa T. Efficacy of glyceryl methacrylate as a dentin primer. Dent Mater J. 1989 Dec;8(2):194-9. Abstract The efficacy of pretreatment on the dentin surface with an aqueous solution of glyceryl methacrylate (GM) was examined by measuring the wall-to-wall polymerization contraction of a light activated composite in a cylindrical dentin cavity, and by measuring the tensile bond strength to a flat dentin surface. All of the	

tested dentin surfaces were cleaned with neutralized 0.5 M EDTA and treated with experimental primers, followed by a marketed dentin bonding agent and composite. The contraction gap formation of the composite was completely prevented by the application of the GM solution at concentrations of 25 and 35% in water. In contrast, half of the specimens treated with 35% HEMA and 35% HEMA containing 5% glutaraldehyde showed gap formation. Furthermore, a considerably high tensile bond strength of more than 18MPa was observed in the above described dentin bonding system

[Sedrez-Porto JA](#), [Münchow EA](#), [Cenci MS](#), [Pereira-Cenci T](#). Translucency and color stability of resin composite and dental adhesives as modeling liquids - A one-year evaluation [Braz Oral Res](#). 2017 Jul 3;31:e54.

Abstract

The aim of this study is to evaluate the influence of modeling liquids on the translucency and color shade of resin composites (RCs) after one year of storage. RC specimens were prepared using either a conventional insertion technique (control; without modeling liquid) or a restorative dental modeling insertion technique (RDMIT) with dental adhesives as modeling liquids (Scotchbond™ Multi-Purpose [SBMP; 3M ESPE] or Adper™ Single Bond 2 [SB; 3M ESPE]). The initial colors of the specimens were obtained with a digital spectrophotometer and the CIEL*a*b* color system, after which specimens were stored (37°C) in distilled water or red wine for 12 months. Color measurements were reassessed after 6 and 12 months of storage, and scanning electron microscopy was performed after 12 months. Translucency and color change (ΔE^*) were calculated and analyzed using ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 5\%$). RC samples prepared via RDMIT showed a translucency similar to that of control samples. ΔE^* was also less intense for RCs containing SBMP than for RCs containing SB. Specimens stored in wine showed a clear pattern of degradation, especially in the control group, and surface degradation seemed to be less intense for specimens prepared with SBMP and SB than for specimens without. Specimens stored in water did not show clear evidence of surface degradation. RDMIT appears to be an interesting approach to reduce ΔE^* in RCs over time without negative effects on the translucency of the material. However, the modeling liquid should feature a hydrophobic composition, similar to that used in the SBMP group, to achieve the best results.

da Silva, K., Calvo, A., Sipert, C., Dionisio, T., de Lima, M., Atta, M., & Ferreira, C. (2018). Dental pulp fibroblast response after stimulation with HEMA and Adhesive System. *Brazilian Dental Journal*, 29(5), 419-426

Abstract

This study evaluated in vitro cell viability and metabolism, nitric oxide release and production of chemokines by cultured human dental pulp fibroblasts (DPF) under contact with HEMA and Single Bond. Cultures of DPF were established by means of an explant technique. Once plated, cells were kept under contact with increasing concentrations of HEMA (10, 100 and 1000 nM) or Single Bond (SB) [10-fold serially diluted in culture medium (10^{-4} , 10^{-3} and 10^{-2} v/v)] and also with polymerized SB components. Cytotoxicity was assessed by Trypan Blue exclusion method and MTT [3-(4,5-Dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide] assay. Nitric oxide release on cell supernatant was detected by Griess Method whereas chemokines (CXCL12 and CXCL8) were detected by ELISA. RT-qPCR was employed for chemokines gene expression analysis. Cytotoxic tests showed significant differences for SB 10^{-2} . None of the tested materials significantly altered NO levels. Protein levels of CXCL12 were significantly decreased only by HEMA. On the other hand, while CXCL12 mRNA remained unaltered, gene expression of CXCL8 had significant decrease with all materials, except for polymerized SB. In conclusion, Single Bond and HEMA at various concentrations, decreased expression and production of molecules involved in inflammatory processes and, therefore, the use of adhesive systems such as pulp capping materials must be viewed with caution due to its large cytotoxic effect when in close contact with the pulp.

[André CB](#), [Rosalen PL](#), [Galvão LCC](#), [Fronza BM](#), [Ambrosano GMB](#), [Ferracane JL](#), [Giannini M](#). Modulation of *Streptococcus mutans* virulence by dental adhesives containing anti-caries agents [Dent Mater](#). 2017 Oct;33(10):1084-1092.

Abstract

OBJECTIVES: The aim of this in vitro study was to analyze the effect of the incorporation of two anti-caries agents into dental adhesives on the reduction of the virulence of *Streptococcus mutans* and on the adhesion to dentin.

METHODS: Apigenin (1mM) and tt-Farnesol (5mM) were added separately and in combination to a self-etch adhesive (CS3 - Clearfil S3 Bond Plus) and to an each-and-rinse adhesive (OPT - OptiBond S). Biofilm of *S.*

mutans was grown on adhesive-coated hydroxyapatite disks for 115h and bacterial viability, dry-weight, alkali soluble, water soluble, intracellular polysaccharides and protein were quantified. Bond strength and dentin-adhesive interface were performed to analyze the effects of the incorporation on the physical properties and to identify changes in hybrid layer morphology.

RESULTS: Addition of Apigenin and Apigenin+tt-Farnesol to CS3, and Apigenin or tt-Farnesol to OPT reduced the dry-weight of *S. mutans* biofilm. Insoluble polysaccharide decreased with the addition of Apigenin to CS3 and tt-Farnesol to OPT. Intracellular polysaccharide decreased with addition of Apigenin and Apigenin+tt-Farnesol to CS3. No changes in dentin bond strength, resin-dentin interfacial morphology, total amount of protein and soluble polysaccharide were observed with the additions.

SIGNIFICANCE: Biofilms that are less cariogenic around dental restorations could decrease secondary caries formation; in addition, the reduction of virulence of *S. mutans* without necessarily killing the microorganism is more unlikely to induce antimicrobial resistance.

Khan AS, Syed MRA Review of bioceramics-based dental restorative materials. Dent Mater J. 2019 Mar 31;38(2):163-176.

Abstract

Currently, much has been published related to conventional resin-based composites and adhesives; however, little information is available about bioceramics-based restorative materials. The aim was to structure this topic into its component parts and to highlight the translational research that has been conducted up to the present time. A literature search was done from indexed journals up to September 2017. The main search terms used were based on dental resin-based composites, dental adhesives along with bioactive glass and the calcium phosphate family. The results showed that in 123 articles, amorphous calcium phosphate (39.83%), hydroxyapatite (23.5%), bioactive glass (16.2%), dicalcium phosphate (5.69%), monocalcium phosphate monohydrate (3.25%), and tricalcium phosphate (2.43%) have been used in restorative materials. Moreover, seven studies were found related to a newly developed commercial bioactive composite. The utilization of bioactive materials for tooth restorations can promote remineralization and a durable seal of the tooth-material interface.

Fang M, Liu R, Xiao Y, Li F, Wang D, Hou R, Chen J Biomodification to dentin by a natural crosslinker improved the resin-dentin bonds. J Dent. 2012 Jun;40(6):458-66

Abstract

OBJECTIVES: Transient collagen cross-linking treatment by proanthocyanidins (PA), a natural crosslinker, was proved to increase the cross-linking degree and ultimate tensile strength of demineralised dentin. The present study aimed to investigate whether transient pretreatment by PA-based preconditioner can improve the resin-dentin bonds of various etch and rinse adhesives. The influence of solvent type, PA concentration and treatment duration were examined.

METHODS: PA-based preconditioners were prepared by adding powdered grape seed extract, rich in PA, to various solvents at different concentrations. They were used on demineralised dentin before the application of the bonding agent. Bond strength, failure modes and degree of conversion were evaluated via microtensile testing, field emission scanning electron microscopy and Fourier transform infrared spectroscopy, respectively.

RESULTS: Collagen cross-linking treatment by PA-based preconditioners presented a concentration- and time-dependent increase in dentin bond strength even in reduced, clinically applicable treatment duration. PA preconditioning improved bond strength of the tested water/ethanol-based adhesive better than the water/acetone-based system. Mixed fracture was the most prevalent failure mode happened on the top of the hybrid layer in PA-pretreated specimens, whilst at the bottom in non-treated controls. The degree of conversion was not significantly affected by PA pretreatment.

CONCLUSIONS: Transient PA preconditioning improved resin-dentin bonds without compromise on the curing behaviours of the tested adhesives.

da Silva TSP, de Castro RF, Magno MB, Maia LC, Silva E Souza Júnior. Do HEMA-free adhesive systems have better clinical performance than HEMA-containing systems in noncarious cervical lesions? A systematic review and meta-analysis. J Dent. 2018 Jul;74:1-14. 9.

Abstract

OBJECTIVES: To determine through a systematic review whether HEMA-free adhesive systems have better clinical performance than HEMA-containing systems in noncarious cervical lesion (NCCL) restorations.

SOURCES: We systematically searched PubMed, The Cochrane Library, Scopus, Web of Science, and Open Grey databases using MeSH terms, synonyms, and keywords, with no language or date restriction. The reference

lists of included articles were manually searched.

STUDY SELECTION: Randomized controlled clinical trials comparing the effectiveness of HEMA-free and HEMA-containing adhesive systems in NCCL restorations were included. The risk of bias in the included studies was assessed and classified through the Cochrane Collaboration's common scheme for bias. Quantitative data were subgrouped according to the main clinical parameters evaluated, and heterogeneity was tested using I² index.

DATA: A total of 2889 potentially relevant studies were identified. After title and abstract examination, 51 studies remained. Finally, 22 studies were included in the systematic review, totaling to 997 participants. Thus, 13 studies were classified as "low" risk of bias and nine as "unclear". These 22 studies were also included in the meta-analysis, and no significant statistical difference was found between the clinical performances of HEMA-free and HEMA-containing adhesive systems for all parameters analyzed: retention risk difference (RD) 0.03 [-0.01, 0.07] (p = 0.13); marginal discoloration RD 0.02 [-0.01, 0.04] (p = 0.19); marginal adaptation RD -0.01 [-0.04, 0.01] (p = 0.34); caries RD 0.00 [-0.01, 0.01] (p = 0.92); or postoperative sensitivity RD -0.00 [-0.02, 0.01] (p = 0.72) and for overall effect RD 0.00 [-0.01, 0.01] (p = 0.65).

CONCLUSIONS: HEMA-free and HEMA-containing adhesive systems showed a similar clinical performance in NCCL restorations.

CLINICAL SIGNIFICANCE: Only the presence of HEMA does not indicate better clinical performance of adhesive systems.

André CB, Chan DC, Giannini M. Antibacterial-containing dental adhesives' effects on oral pathogens and on Streptococcus mutans biofilm: Current perspectives. *Am J Dent*. 2018 Nov 15;31(Sp Is B):37B-41B.

Abstract

PURPOSE: To describe the literature findings regarding commercially available antibacterial-containing dental adhesives and the futures perspectives of this field.

RESULTS: High-risk caries patients could yield benefits from restorative materials containing antibacterial properties in order to reduce the recurrent caries formation. Dental adhesives with antibacterial agents may reduce restoration replacement, as recurrent caries is still one of the major reasons for replacing a resin restoration. Literature results of three commercially available adhesives: Gluma 2Bond, Clearfil SE Protect and Peak Universal Bond, containing glutaraldehyde, MDPB and chlorhexidine, respectively indicates that Clearfil SE Protect seems to have better results against oral pathogens and on Streptococcus mutans biofilm. Besides the promising findings, clinical studies are still necessary in order to validate the clinical efficacy when exposed to a more complex environment and the long-term effect of either commercially available materials, experimental antibacterial monomers or antibacterial incorporations. As a suggestion of this article and according to the current scientific trends in this specific field, future directions should focus on restorative materials with therapeutic components targeting the virulence factors of cariogenic biofilm with minimal toxicity and side effects, and long-term action.

CLINICAL SIGNIFICANCE: Antibacterial-containing dental adhesives may have therapeutic effects, working as an additional source to reduce recurrent caries development in patients with high-risk of caries, and consequently the reduction in restoration replacements.

Barbosa, M., de Carvalho, R., Demarco, F., Ogliari, F., Zanchi, C., Piva, E., & da Silva, A. (2015). Experimental self-etching HEMA-free adhesive systems: cytotoxicity and degree of conversion. *J Mater Sci Mater Med*, 26(1), 5370

Abstract

The aim of this study was to evaluate the effect of replacing 2-hydroxyethyl methacrylate (HEMA) by methacrylate surfactant monomers on the cytotoxicity and degree of conversion of two-step self-etching dentin adhesive systems. Five HEMA-free adhesive systems were tested: Bis-EMA 10, Bis-EMA 30, PEG400, PEG400UDMA, PEG1000, and a HEMA group was used as positive control. The cytotoxicity of the experimental primers, with different monomer concentrations (2 or 20 wt%), and bond resins, containing 25 wt% surfactant, was assessed using murine fibroblast cell line 3T3 and the tetrazolium assay (3-(4,5-dimethylthiazol-2-yl)-2,5-diphenyltetrazolium bromide (MTT)). The degree of conversion of the bond resins was analyzed using Fourier transform infrared spectroscopy. The data were submitted to statistical analysis using level of significance set at P < 0.05. The PEG 1000 group obtained higher cell viability in comparison with HEMA in the 2 % primer. The cell survival rate using 20 % primer showed that PEG1000 and BIS-EMA 10 were less cytotoxic than HEMA. With regard to the eluate from bond resin, the data showed that the groups BIS-EMA 10, BIS-EMA 30 and PEG400UDMA were less cytotoxic than HEMA. No statistically significant difference was found among degrees

of conversion of the experimental groups and HEMA. PEG 1000, BIS-EMA 10 and 30 monomers showed the biological potential for use in new adhesive system formulations since they showed lower cytotoxicity and similar degree of conversion when compared with the HEMA-containing group.

[Matalon S, Frydman G, Lauritano D, Slutzky H, Shlomo E, Levartovsky S, Carinci F, Ormianer Z. The effect of enriching denture adhesives with chlorhexidine diacetate on the proliferation of Candida albicans: an in vitro analysis. Biol Regul Homeost Agents. 2017 Apr-Jun;31\(2 Suppl 1\):45-52.](#)

Abstract

Denture adhesives are widely used in dentistry. The growth of *Candida albicans* on the denture base is common on both jaws, particularly in elderly patients. A strong correlation has been found between the growth of *Candida albicans* and dentures, potentially leading to denture stomatitis. Recent studies show that the addition of chlorhexidine diacetate (CHDA) to denture adhesives can have a protective effect against denture stomatitis. The aim of this research is to examine the antifungal properties of three denture adhesives when CHDA is added. We hypothesize that the addition of CHDA to denture adhesives will result in antifungal activity against *Candida albicans*. Three denture adhesive materials (Corega, Protefix and Kukident) were prepared with and without the addition of CHDA in order to measure whether CHDA increased the resistance of the adhesives to the growth of *Candida albicans*. Dynamic and static intercellular changes were assessed through direct contact test (DCT) and confocal microscopy. The tested materials were evaluated immediately after setting and at 14 days post-setting. When combined with CHDA, all three denture adhesive materials decreased *Candida albicans* growth compared to the control (p less than 0.0001). This inhibition of growth was more prominent in the first 24 h. The confocal microscopy results supported the DCT findings. The addition of CHDA to denture adhesive pastes inhibits growth of *Candida albicans*, and may potentially reduce the incidence of denture stomatitis. Further studies are warranted.

[Pagano S, Lombardo G, Balloni S, Bodo M, Cianetti S, Barbati A, Montaseri A, Marinucci L. Toxicol In Vitro. Cytotoxicity of universal dental adhesive systems: Assessment in vitro assays on human gingival fibroblasts 2019 Oct;60:252-260.](#)

Abstract

Universal adhesives are the most important innovation in restorative dentistry. They are composed of different monomers, solvents and fillers. The potential cytotoxic effect of these materials is an important scientific aspect in recent literature. The aim of this study was to determine, using different in vitro techniques, the cytotoxicity evaluation of seven universal enamel-dental adhesives on human gingival fibroblasts. For this purpose, seven universal dental enamel adhesives have been evaluated by in vitro cytotoxicity tests using direct contact tests (an unpolymerized and a polymerized method) and an indirect contact test: preparation of extracts. The polymerized method showed a cytotoxicity range from 36% (G-PremioBond, GPB) to 79% (FuturaBond M+, FB). With the unpolymerized direct methods the range was from 4% (Prime&Bond Active, PBA) to 40% (Ibond Universal, IB) for undiluted adhesives; generally passing to the major dilutions the test showed a strong inhibitory activity by all the adhesives. Whereas with the indirect method by diluting the extracts of all dental adhesives the cell viability increased. The data obtained from the work has shown a lower cytotoxic effect of Optibond Solo Plus (OB) and Adhesive Universal (AU) with more reliable results with the extracts technique. The choice of reliable in vitro cytotoxic technique could represent, in dental practice, an important aid for clinical procedures in the use of adhesive

[Huang B, Sadeghinejad L, Adebayo OIA, Ma D, Xiao Y, Siqueira WL, Cvitkovitch DG, Finer Y. Gene expression and protein synthesis of esterase from Streptococcus mutans are affected by biodegradation by-product from methacrylate resin composites and adhesives. cta Biomater. 2018 Nov;81:158-168](#)

Abstract

An esterase from *S. mutans* UA159, SMU_118c, was shown to hydrolyze methacrylate resin-based dental monomers.

OBJECTIVE: To investigate the association of SMU_118c to the whole cellular hydrolytic activity of *S. mutans* toward polymerized resin composites, and to examine how the bacterium adapts its hydrolytic activity in response to environmental stresses triggered by the presence of a resin composites and adhesives biodegradation by-product (BBP).

MATERIALS AND METHODS: Biofilms of *S. mutans* UA159 parent wild strain, SMU_118c knockout strain (Δ SMU_118c), and SMU_118c complemented strain (Δ SMU_118cC) were incubated with photo-polymerized resin composite. High performance liquid chromatography was used to quantify the amount of a universal 2,2-Bis[4-(2-hydroxy-3-methacryloxypropoxy)phenyl]propane (bisGMA)-derived BBP, bishydroxy-propoxy-phenyl-

propane (bisHPPP) in the media. Fluorescence in situ hybridization (FISH) and quantitative proteomic analysis were used to measure SMU_118c gene expression and production of SMU_118c protein, respectively, from biofilms of *S. mutans* UA159 wild strain that were cultured with bisHPPP.

RESULTS: The levels of bisHPPP released from composite were similar for Δ SMU_118c and media control, and these were significantly lower compared to the parent wild-strain UA159 and complemented strain (Δ SMU_118cC) ($p < 0.05$). Gene expression of SMU_118c and productions of SMU_118c protein were higher for bisHPPP incubated biofilms ($p < 0.05$).

SIGNIFICANCE: This study suggests that SMU_118c is a dominant esterase in *S. mutans* and capable of catalyzing the hydrolysis of the resinous matrix of polymerized composites and adhesives. In turn, the bacterial response to BBP was to increase the expression of the esterase gene and enhance esterase production, potentially accelerating the biodegradation of the restoration, adhesive and restoration-tooth interface, ultimately contributing to premature restoration failure.

STATEMENT OF SIGNIFICANCE: We recently reported (Huang et al., 2018) on the isolation and initial characterization of a specific esterase (SMU_118c) from *S. mutans* that show degradative activity toward the hydrolysis of dental monomers. The current study further characterizes this enzyme and shows that SMU_118c is a dominant degradative esterase activity in the cariogenic bacterium *S. mutans* and is capable of catalyzing the hydrolysis of the resinous matrix of polymerized composites and adhesives. In turn, the bacterial response to biodegradation by-products from composites and adhesives was to increase the expression of the esterase gene and enhance esterase production, accelerating the biodegradation of the restoration, adhesive and the restoration-tooth interface, potentially contributing to the pathogenesis of recurrent caries around resin composite restorations.

Santana RM, Rached RN, Souza EM, Guariza-Filho O, Camargo ES, Pithon MM, Tanaka OM. Effect of organic solvents and ultrasound on the removal of orthodontic brackets. *Orthod Craniofac Res.* 2016 Aug;19(3):137-44

Abstract

OBJECTIVE: To evaluate the effect of organic gel solvents (70% acetone and 90% ethanol) and ultrasound in the removal of metallic brackets.

MATERIALS AND METHODS: Metallic brackets were bonded with light-cured orthodontic composite (Transbond XT) in 120 human bicuspid and divided into 6 groups for the enamel etch-and-rinse adhesive system (XT) and 6 groups to self-etching system (SEPT) according to pretreatment to removal test: control, 70% acetone, 90% ethanol, ultrasound, 70% acetone+ultrasound, and 90% ethanol+ultrasound. The brackets were subjected to removal by shear testing and Adhesive Remnant Index (ARI) evaluation. Some specimens were prepared and its adhesive interface and etching ability observed by scanning electron microscopy (SEM).

RESULTS: Only the factor 'ultrasound' and its interaction with 'adhesive' were detected as a source of variance, with the SEPT/ultrasound showing the lowest shear strength than the other groups. Regardless the factor 'ultrasound', XT showed a higher ARI than SEPT; however, when the solvents were used, no differences were detected between XT and SEPT.

CONCLUSION: The organic solvents were not effective in reducing shear bond strength. The etch-and-rinse adhesive system showed a higher and more favorable ARI score than the self-etching primer. The behavior of the organic solvents on ARI showed to be better when associated with the self-etching primer. The ultrasound was effective in reducing the shear bond strength of the self-etching adhesive system but not in affecting the ARI of the adhesive systems.

Selección de artículos por temática

Para la selección final, no hubo restricción respecto al año o idioma, la última búsqueda se realizó en octubre de 2019 y se tomaron aquellos que en su mayoría presentaban resultados de estudios in vitro, in vivo y análisis descriptivos.

Proceso de extracción de información de artículos por temática

Autores/ año / país / tipo de estudio / muestra – in vitro – in vivo – humana – animal / materiales / procesos / intervención / estimación de medidas en la escala en la que se expresa la variable / técnicas de medición microscópica / resultados – significancia estadística - contraste / discusión / conclusiones.

Proceso estructuración

La presentación del documento se estructuró teniendo en cuenta los lineamientos guía y esta conformado por las siguientes secciones: Introducción, metodología, desarrollo, discusión y referencias.

5. CONSIDERACIONES EN PROPIEDAD INTELECTUAL

Sustento legal

De acuerdo con la agenda de Naciones Unidas en 2015 para el Desarrollo Sostenible a 2030, se aprecia en el objetivo 9 la importancia de fomentar la innovación, por esto, las naciones deben promover y apoyar la innovación tecnológica y la investigación científica que se alinea con el tesoro de la UNESCO, de propiedad intelectual que corresponde a la rama del derecho civil e incluye el estudio de los derechos de autor, los derechos conexos, el dominio público, la marca registrada, las patentes, la piratería, la propiedad artística y la propiedad literaria. La Declaración Universal de derechos Humanos en 1948 en su artículo 27 trata de la protección de los intereses morales y materiales que le correspondan a las personas por razón de sus producciones científicas, literarias o artísticas.

En este contexto, la propiedad intelectual protege las creaciones de orden intelectual que sean resultado del trabajo humano aptas para el reconocimiento jurídico, entre ellas la propiedad industrial y los derechos de autor. Los derechos de autor en Colombia se contemplan en la Ley 23 de 1982 que exhibe el derecho sobre el cual tiene las personas sobre obras literarias y artísticas acerca de su reproducción, comunicación, distribución, alquiler comercial y traducción.

De acuerdo con lo anteriormente expuesto, la originalidad de las investigaciones en el contexto educativo están protegidas por los derechos de autor.

6. RESULTADOS

Micromorfología de la capa híbrida

La capa híbrida es el resultado de la difusión e impregnación de monómeros en la subsuperficie de los substratos de dentina pretratada. Si bien, los materiales de restauración a base de resina requieren de un agente de enlace por lo que por sí mismos, no son adhesivos, los Sistemas Adhesivos Resinosos SAR son los que funcionalmente unen la dentina y las resinas compuestas fotopolimerizables para generar un mecanismo de enlace simultáneo. Este mecanismo se basa en la hibridización, en el cual la superficie dentinaria es tratada con ácidos acondicionantes que desmineralizan la dentina subyacente que deja expuesta la malla de fibras colágenas y ante la introducción de SAR, se da la adhesión micromecánica en la capa híbrida, es decir en la zona de dentina infiltrada por monómeros.

El desarrollo de sistemas adhesivos que infiltran a la superficie de dentina desmineralizada por monómero de resinas y que se combinan con la colágena para formar una capa que es una mezcla de diente y resina, es un paradigma en odontología restauradora que podría sellar la interfase dentina-material restaurador, previniendo la presencia de hipersensibilidad (Silva, et al., 2002).

Otro concepto de la capa híbrida, se conoce como la zona de interdifusión de resina con la dentina, dentina infiltrada con primer-resina, capa de dentina impregnada con resina, zona de interdifusión o zona de interpenetración (Valenzuela, et al., 2011). En sí, es una capa de intermezclado de la resina adhesiva con los componentes de la dentina previamente acondicionada. Una interacción o mejor llamada interpenetración de los polímeros con la dentina, en la que sobresale la característica de presentar una gran resistencia al ataque de agentes ácidos (Carrillo, 2005).

En la estrategia adhesiva de grabado total existen dos formas en las que se puede definir el sustrato dentinario; la primera forma es cuando ocurre la desmineralización de la dentina peritubular, se limita a la apertura del túbulo, causando un ligero ensanchamiento de su dimensión original en la parte más superior y, la segunda forma ocurre cuando la dentina peritubular y la dentina intertubular, son desmineralizadas desde adentro de la apertura de los túbulos dentinarios.

La capa híbrida es lograda mediante la desmineralización superficial de la dentina a través de la aplicación de acondicionadores acídicos y su posterior infiltración con resinas adhesivas, para

conseguir una estructura compuesta por fibras de colágeno tipo I y proteoglicanos envueltos por cadenas de polímeros. La matriz de colágeno parcialmente desmineralizada constituye un andamio adecuado para la remineralización en presencia de materiales bioactivos, pero, en la base de la capa híbrida yace una capa de volumen reducido de colágeno desprotegido dada la inadecuada infiltración resinosa así como también la ausencia de minerales interfibrilares y desmineralizado tanto por acción del ácido fosfórico como por acción del ácido Etilen Diamino Tetra Acético EDTA, que puede sufrir degradación hidrolítica por acción de Metaloproteinasas Endógenas de la Matriz MMP (Toledano, et al., 2012).

Esta actividad degradativa enzimática reduce el éxito clínico de las restauraciones adheridas por la pérdida de integridad en la interfaz de adhesión. La barrera crítica al progreso en la adhesión a dentina, esto es el agua atrapada en los compartimentos interfibrilares de las fibras de colágeno que no puede ser eliminada luego que éste es impregnado con resinas polimerizadas. Una matriz de colágeno llena de agua continúa siendo una matriz débil, independientemente de lo bien que sea preservada su integridad. La deshidratación progresiva de las fibras de colágeno a través del depósito de apatita intrafibrilar ocurre naturalmente en la mineralización de los tejidos duros y protege la matriz orgánica de la degradación durante un tiempo muy prolongado, mucho mayor al que se consigue cuando se utilizan inhibidores de las MMP o agentes reticuladores del colágeno (Vola, 2014).

Teniendo en cuenta que la dentina humana es un tejido biológico, complejo y dinámico que subyace en el esmalte dental y se relaciona histológica, embriológica y funcionalmente a la pulpa dental, es necesario entender que los odontoblastos son células que producen colágeno y proteínas no colágena para construir la Matriz Extracelular MEC o matriz orgánica, dentina altamente especializada, cuenta con cinco estructuras, los odontoblastos, los túbulos dentinarios, el espacio periodontoblástico, la dentina peritubular y la dentina intertubular (Mjör, et al., 2001).

La dentina presenta una estructura química alrededor de un 47% de contenido mineral representado en cristales de apatita, de un 33% de su volumen de matriz orgánica, y 20% es fluido (LeGeros, 1990). En cuanto al contenido orgánico, la dentina presenta en primer lugar, una composición de proteínas de colágeno I, III, V y VI perfiladas con características de autoensamblaje, también proteínas específicas de fosforina, sialoproteína, factores de crecimiento y proteínas morfogénicas, así como proteínas no específicas de amelogenina, osteocalcina,

osteoporina, osteonectina, proteoglicanos, glucosaminoglicanos, glicoproteínas, fosfolípidos y enzimas de la matriz (Pasillo, et al., 1999).

Dado que la dentina representa la mayor parte de la estructura dental, conocer sus propiedades mecánicas para explicar alteraciones por procesos restauradores, es determinante para el desarrollo de nuevos materiales restauradores que se asimilen a su estructura (Xu, et al., 1998). Así mismo, al conocer sus componentes y estructura, es posible predecir el comportamiento de la interfase dentina-restauración, incluso es útil en tratamientos preventivos (Marshall, et al., 1997).

La microestructura de la dentina esta dominada por la presencia tubular en una disposición radial que atraviesan todo el espesor de la dentina primaria, donde los túbulos son los encargados de alojar los procesos odontoblásticos y de recorrer la dentina desde la pulpa hasta la unión amelodentinaria DEJ rodeado por la dentina intertubular (Pashley, Dentin: a dynamic substrate--a review., 1989). El fluido pulpar intersticial tiene como función ejercer presión positiva centrífuga a través de los túbulos dentinales que son expuestos en el proceso de acondicionamiento (Orchardson & Cadden, 2001).

Respecto a la densidad, se estima que cerca de la pulpa, es decir, la interior, el número es entre 45.000 y 65.000 túbulos/mm² y alcanza el 22% de la superficie dentinal, mientras que en la dentina externa es entre 15.000 y 20.000 túbulos/mm² que representa 1% de la superficie dentinal (Fosse, et al., 1992). De la misma manera, se ha determinado el diámetro de los túbulos, entre 0.5 y 0.9 µm para la dentina superior, 1.0 y 2.0 µm para la dentina media y 2.0 y 3.00 µm para la inferior. Las diferencias regionales en la orientación área y túbulo intertubular pueden influir en la eficacia de los adhesivos dentinarios (Tay, et.al, 2005).

En cuanto a los mecanismos de adhesión, son un foco de investigación en el desarrollo de un modelo adhesivo que sea óptimo, esto se va a dar mediante el uso de resinas que sean adhesivas durante la técnica de grabado con ácido, pues proporcionan una unión bien establecida y confiable con el esmalte dental (Lohbauer, et.al, 2008).

Con relación a la resistencia de la dentina en su definición básica es el estado de unión entre dos superficies por medio de fuerzas o energías interfaciales con base en mecanismos químicos, mecánicos, o los dos, mediados por un adhesivo (Wakasa, et al., 1995). Esta unión de los sistemas convencionales de grabado y enjuague representan la suma de la resistencia aportada por las etiquetas de resina, la capa híbrida y la adhesión a la superficie.

Para medir los valores de dureza de la capa híbrida se utiliza la nanoindentación que determina propiedades mecánicas a escala submicrómica, así, es posible identificar la existencia de un evento de descalcificación de la dentina y características del entorno que precisen si la resina se encuentra impregnada en dentina sana o descalcificada, situación que compromete la dureza de unión (Nakazawa, et al., 1999). Adicionalmente, la nanoindentación se usa para evaluar la elasticidad de la interfases resina-dentina, la cual expone los niveles de encogimiento que alivia las tensiones entre la restauración de material compuesto flexible, frente a la rigidez del sustrato, esta elasticidad es mayor cuando se presentan capas de resina gruesa de baja viscosidad (Van Meerbeek, et al., 1993).

Mecanismos de formación de la capa híbrida

La capa de detritus dentinaria se remueve por medio de la aplicación de ácidos o agentes quelantes del calcio que descalcifican la capa superficial de dentina a cierta profundidad.

La descalcificación de la dentina intertubular expone un residuo proteico de fibras de colágeno. La matriz de colágena se encuentra normalmente sostenida por fracciones inorgánicas que una vez que se descalcifican pueden causar un colapso de las fibras de

Existe una secuencia de eventos subsecuentes que deben presentarse para que se logre establecer con éxito la formación de la capa híbrida:

La malla de fibras de colágeno sobre las que se va a formar la capa híbrida, se encuentran ligeramente compactadas y en ocasiones muy laxas, sin soporte, embebidas en un medio acuoso. Por eso, es muy importante efectuar la aplicación de monómeros hidrofílicos posteriormente al acondicionamiento de la dentina y antes de la aplicación de la resina adhesiva. Estos monómeros están presentes junto al adhesivo en un solo frasco, primers llamados promotores de adhesión que tienen como función dar miscibilidad a los componentes hidrofóbicos e hidrofílicos (Gomes, 2004). Cuando no se aplica un primers, las fibras de colágeno no van a permitir una penetración del material resinoso.

Las fibras de colágeno, tienden a colapsarse cuando pierden su soporte inorgánico. La explicación a este colapso de la malla colágena, se debe a que las fuerzas de la tensión superficial en la interfase aire, líquido expulsan una fuerza que produce que la matriz de colágena se aplane y con el propio peso se colapse (da Silva, et al., 2018)

Degradación hidrolítica

El desarrollo de biomateriales dentales que mitiguen la degradación de la malla de fibras colágenas, es un tema que ocupa la agenda de especialistas en procesos de restauración. En ese propósito, se han realizado investigaciones que han determinado el comportamiento inhibitor de algunas enzimas de la dentina y su consecuente remineralización inducida por resinas experimentales.

En un estudio desarrollado por (Kong, et al., 2016), se midió el efecto de protección contra la degradación de colágeno del ácido fítico IP con ácido fosfórico AP y como agente quelante en el enlace resina-dentina, el ácido etilendiaminotetraacético EDTA, con la técnica SEM se pudo demostrar que la resistencia a la unión microtensil mTBS fue inferior en AP y EDTA en comparación con IP, el ácido fosfórico presentó una severa degradación de colágeno, el IP demostró en efecto positivo en la prevención de la degradación del colágeno inducida por la colagenasa bacteriana, además, elimina la capa de frotis, favoreciendo los valores de resistencia que conlleva a una leve nanofuga y una degradación ligera del colágeno.

Otra ventaja del IP se puede confirmar cuando se usa como componente de un recubrimiento compuesto de magnesio e hidroxiapatita que mejora la resistencia a la corrosión y a la bioactividad, así, el aumento del contenido de hidroxiapatita en la solución de ácido fítico produce una reducción en las grietas del sustrato (Zhang, et al., 2017)

La interacción entre el material restaurador y la estructura dentaria por medio del uso de adhesivos propician la funcionalidad mecánica y biológica como unidad, de tal forma que la interfase dentina-resina es inestable por la baja infiltración de monómeros de resina en la matriz de dentina desmineralizada, esto sucede por la dificultad de desplazamiento y reemplazo del agua que queda atrapada interfibrilarmente, lo cual evita la hibridación al interior de la malla de fibras de colágeno, y ante esta desprotección se torna vulnerable a la desnaturalización y la ruptura por fatiga cíclica. En este escenario, el proceso de degradación de la capa híbrida se determina por la actividad de esterasas y enzimas colagenolíticas en un ambiente humectado al interior de la capa híbrida (Betancourt, et. al, 2019).

El método más usado para realizar el acondicionamiento de la dentina inicia con ácido fosfórico que usualmente presenta ($1.0 < pH$) para disolver completamente la capa de residuos y desmineralizar la capa de dentina, este procedimiento es conocido como grabado total. El ácido

y los remanentes de la capa de residuos son lavados con agua, quedando expuestas la superficie dentinaria y la malla de fibras colágenas. El siguiente paso consiste en colocar un primers que contiene monómeros hidrofílicos que se infiltran en la malla de colágeno, tan profundo como penetra el ácido en la superficie dentinaria, así, las fibras de colágeno expuestas se van a expandir debido a la humedad presente. Por eso, el secado con chorro de aire es un procedimiento muy delicado ya que la desecación de la superficie podría colapsar las fibrillas colágenas debido que se genera enlaces secundarios entre ellas tipo puente de hidrógeno.

Esto trae como consecuencia la reducción de los espacios entre las fibras colágenas que en su estado natural tiene una distancia de 25 nanómetros actuando como una barrera, inhibiendo la difusión y la penetración del primers. Las fibras de colágeno colapsadas pueden ser expandidas hasta un 100% de sus dimensiones iniciales, agregando agua a la superficie la malla previamente se puede hidratar remojando de nuevo la superficie de dentina reseca y esto puede ofrecer el mismo potencial de infiltración (Wahl & Czemuszka, 2006).

El concepto de adhesión dentinaria está basado en la creación de una capa híbrida en la interfase dentina-resina. El principio básico de unión de un sistema adhesivo es reemplazar los minerales que han sido eliminados del tejido dental por monómeros de resina, preparando el enlace micromecánico del polímero al sustrato dental (Nakabayashi, et al., 1982). La capa híbrida es una zona de interdifusión de resina, fibras colágenas y dentina parcialmente desmineralizada. El método actual para lograr adhesión está representado por los primers autocondicionantes. Estos primers contienen ácidos débiles que penetran y disuelven la capa de residuos y desmineralizan al sustrato dentinario, pero cuando se está desmineralizando la dentina, la malla colágena queda expuesta y simultáneamente infiltrada con el monómero hidrofílico del primers.

La actividad de enzimas extraídas y unidas a la matriz dependen de la concentración de ácido fosfórico, es posible afirmar que a cualquier concentración se afecta la actividad proteolítica de la dentina desmineralizada humana sana, pero la degradación de colágeno es mayor en dentina con 10% en peso de ácido fosfórico ($p < 0.05$), aclarando que el ácido fosfórico no desnatura las enzimas endógenas de la matriz de la dentina, pero en cierta forma modula la actividad de estas enzimas de acuerdo con la concentración utilizada (DeVito, et al., 2016).

La desmineralización se limita por la función buffer de los iones liberados de los minerales disueltos (Wang & Hume, 1988). Los remanentes de la capa de residuos son integrados a la capa adhesiva, como material de relleno, esto no representa ningún problema, ya que la capa de residuos es de solo 0,2 a 0,5 μm de espesor.

Resulta claro que la depende de las propiedades químicas del material y del modo de adhesión, también se presenta otro tipo de degradación de tal forma que se demuestra que la penetración bacteriana de esterasas y metaloproteinasas afecta la integridad de la interfase resina-dentina hechas de resina por compuestos tradicionales o modificados mediante adhesivos de grabado total o autograbado (Huang, et al., 2018)

Del uso mineral hasta los adhesivos universales

La restauración en la *era preadhesiva* se daba por medio de sistemas adhesivos que se remontan a culturas precolombinas de incas y mayas hacia 900 D.C., quienes utilizaron piedras preciosas en sus dentaduras como parte de ritos religiosos, por otra parte, en China se usó una aleación de plata, mercurio y zinc. En la edad Media, el oro era el material principal para tratamientos odontológicos, ya en el siglo XVIII se usa la fórmula de la amalgama de plata con estaño, cobre y zinc (Ring, 1995). En el XIX se incursionó con el fosfato de zinc, pero pese a su baja capacidad de adhesión fue el punto de partida para iniciar el desarrollo de nuevos materiales que marcan la *era adhesiva* que representa mecanismos, recursos y técnicas para lograr adhesión duradera y estable (Alemany, 2004).

Es preciso señalar que en la adhesión intervienen tres sustratos, el diente, el material de restauración y el adhesivo, por lo tanto, se crean dos interfases la de adhesivo-diente y la de material restauración-adhesivo, bajo la premisa de las cuatro teorías de adhesión referidas por (Allen, 1993).

Teoría mecánica: el adhesivo se interconecta micromecánicamente con la rugosidad de la superficie del sustrato

Teoría química: Se dan uniones iónicas o covalentes

Teoría de la difusión: se da cuando polímeros de los dos sustratos atraviesan la interfase y se forma una sola parte

Teoría electrostática: se da en la interfase entre un metal y un polímero

Tabla 1. *Evolución de los adhesivos*

Año	Autor	Descripción
1949	Oskar Hagggar	Primer sistema de unión de resina acrílica a dentina, desarrolló en producto adhesivo con el nombre de Sevitron Cavity Seal. Ácido y su interacción con la superficie dental era a nivel molecular, contenía monómeros ácidos, era inestable (Söderholm, 2007). Su composición molecular: Ácido glicerofosfórico – Dimetacrilato
1955	Michael G. Buonocore	Condicionamiento con ácidos débiles o primers y por menor tiempo de contacto, este grabado ácido duplicó la adhesión pero no era resistente al agua (Buonocore, et al., 1956). Su composición molecular: Bisfenol Glicidil Metacrilato
1977	Fusayama	Condicionamiento ácido de la dentina y uso de adhesivo a base de Phenyl -P, Bis -GMA
1993	SAR	Condicionamiento simultaneo del esmalte y dentina all etch y uso de adhesivos con monómeros hidrófilos Adhesivo autocondicionante self etch de dos pasos: primer ácido + adhesivo y de un paso: ácido/primers/adhesivo (Kanca, 2005). En los SAR self etch de dos pasos se usa el agua como componente principal para favorecer la ionización de monómeros para desmineralizar el sustrato. Los de un paso, por su contenido acuoso y cantidad de monómeros hidrófilos, son los más hidrofílicos (Tay, et al., 2004)
Actualidad	Adhesivos universales	All-Bond Universal ABU G-Bond Plus GBP Scotchbond Universal SBU Clearfil Universal Bond CUB Futurabond U Prime & Bond Elect

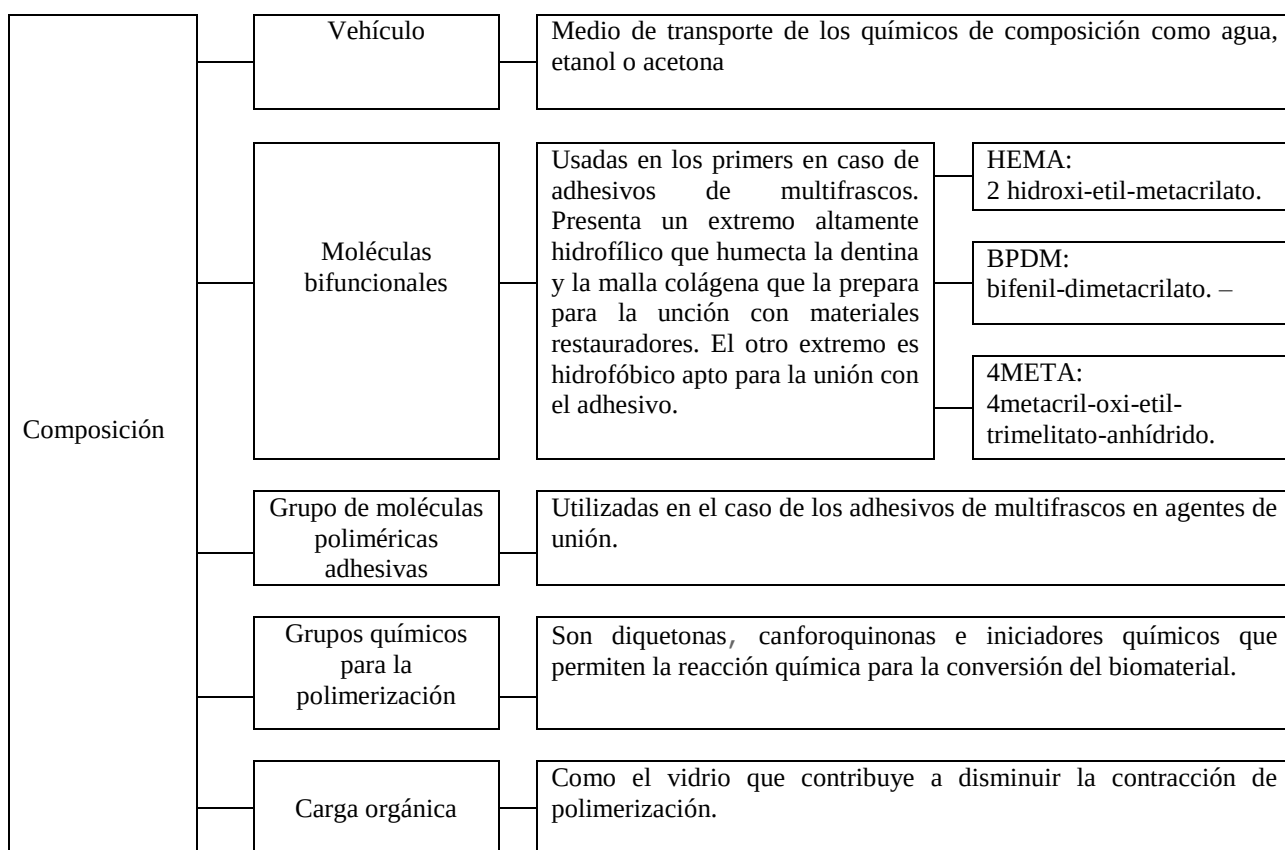
Fuente: elaboración propia

En suma, el desarrollo de un material ideal de adhesión a la estructura dental es una prioridad para la comunidad odontológica, bajo la pretensión de remover en la menor cantidad posible el tejido dentario y a la vez, valorar la resistencia de unión, de tal forma que se disminuya la microfiltración, se blinde ante bacterias, se disminuya el riesgo de caries secundaria y se evite el daño irreversible de la pulpa dental (Lambrechts, et al., 2000). El uso de adhesivos simplificados universales reduce la sensibilidad gracias a la inclusión de monómeros hidrofílicos y de solventes que logran afinidad con la humedad del sustrato dentinal, sin comprometer la efectividad de la interfase (Hanabusa, et al., 2012).

Al usar la estrategia de autograbado y enjuague en dentina, es posible determinar un desempeño inferior de los sistemas adhesivos simplificados según los materiales en términos de resistencia de la unión microtensil (Muñoz, et al., 2013). Por esto, en el proceso de adhesión es necesario contemplar el concepto de cohesión, dado que influye en la durabilidad de la unión de los materiales con el sustrato dental. Generalmente las fallas cohesivas se fundamentan en la desmineralización dentina, que se pueden detectar por medio de estudios por Transmisión Microscópica Electrónica TEM o por Scanner Microscópica de Electrones SEM, que facilitan la ubicación y patrón de efectos interfaciales para la evaluación morfológica de la interfase resina-dentina y adicionalmente permiten observar el grosor de la capa híbrida (Aoki, et al., 2011). Estos test de observación de microestructura ofrecen información para detectar si la unión de la dentina ha sido por penetración de monómeros del sustrato superficial o en los túbulos dentinales para desarrollo de materiales y métodos que mejoren la eficacia de adhesión (Endo, et al., 2007).

Otra falla cohesiva al usar ABU y GBP esta relacionada con la fuerza de la unión microtensil cuando no se realiza un revestimiento de resina hidrofóbica adicional. En efecto, al aplicar la técnica de microtensión Microtensil Shear Bond Strength MTBS, se evalúa a profundidad pequeñas áreas de unión dentina-resina cuando se produce una distribución uniforme del estrés durante la aplicación de la fuerza de tensión, ahí, es posible identificar los factores como exposición al agua, una hibridización incompleta y la presencia residual de solventes en la capa híbrida, que contribuyen a la degradación dentina-resina (Muñoz, et al., 2014).

Figura 1 *Sistemas adhesivos*



Fuente: elaboración propia

Los sistemas adhesivos que utilizan monómeros funcionales interactúan químicamente con los sustratos dentales, se resaltan las propiedades hidrofóbicas del monómero de 10MDP al crear una zona resistente en la interfase adhesiva por medio de ácido que mejora la respuesta de reacción ácido- base, además cuenta con la capacidad de relacionarse con la hidroxiapatita formando vínculos estables (Carrilho, et al., 2019).

Técnicas de grabado

Los sistemas adhesivos se encuentran clasificados en dos categorías: grabado y enjuague y los de autograbado. Para los sistemas de grabado y enjuague la formación de tags de resina contribuye cuantitativamente hasta $\frac{1}{3}$ de la resistencia total de la unión de cizallamiento. La unión de materiales adhesivos a una estructura que ya ha sido grabada previamente con ácido se debe clasificar como un proceso micromecánico que no es visible fácilmente, al realizar el grabado se permite que los adhesivos penetren por capilaridad, lo que da específicamente la

formación de resina tags, estos producen un interbloqueo mecánico altamente efectivo entre el material restaurador como resina y la estructura dental (Sundfeld, et al., 2005).

Se evidencia que no existen diferencias en la resistencia de la unión del cizallamiento en comparación con la capa híbrida después del acondicionamiento de la capa superficial de colágeno. Es entonces como se debe tener en cuenta que los adhesivos de grabado se benefician de la interacción química entre los monómeros funcionales y la fase de hidroxiapatita que se encuentre expuesta en la dentina.

Al tener adhesivos autograbadores, es necesario abordar las propiedades del sistema adhesivo autograbable fotopolimerizable, el cual normalmente se encuentra compuesto por un primers y un agente de unión para estructura dentaria y material restaurador. La presentación del primers es en un líquido que no requiere mezcla ni lavado luego de su aplicación; contiene un monómero ácido de fosfato, ácido hidroxietil metacrilato HEMA, dimetacrilatos, iniciadores y microrellenos (Moncada, 2005).

Los sistemas adhesivos poliméricos pueden presentar diferentes clasificaciones para entender su evolución. Al clasificarlos según su estrategia adhesiva en los que requieren las acciones de grabar y lavar, que pueden ser de tres o dos pasos, y los autoacondicionantes o autograbantes, que son de dos y un paso.

El sistema adhesivo convencional de tres pasos, de grabado total con primer basado en etanol, presenta un comportamiento clínico y de laboratorio superior, identificado como el estándar de oro en términos de durabilidad en la adhesión dentina – resina (De Munck, et al., 2005). Al mismo tiempo, se considera que es posible predecir la durabilidad del enlace por patrones de degradación química de la hidrólisis y la elución de los componentes de la interfase (Nass & Carpentieri, 2017).

Cabe destacar que los adhesivos pueden venir o no con diferentes pasos, y en ese sentido, dada la existencia de diferentes generaciones de adhesivos, se tratarán principalmente los autograbadores y de los componentes que contienen los adhesivos convencionales, los cuales requieren de tres pasos: grabado, imprimado y adhesivo.

Entonces los dos sistemas, los de autograbado y los de adhesión húmeda presentan dos componentes. En el caso de la adhesión húmeda de los materiales de un frasco, se requiere de dos

pasos: la primera es una solución de ácido fosfórico para tratar el esmalte, pero que requiere de lavarse y la segunda una solución de primers - adhesivo.

Del otro sistema, el autograbante también se presenta en dos frascos, uno de ellos es la solución de grabador e imprimador para esmalte – dentina, pero que no requiere de lavarse y el siguiente es el agente adhesivo, sistema que requiere menor tiempo y que posee dos componentes de fácil uso.

Agentes autograbantes:

$$(2.0 > pH < 2.8)$$

Convencional fosfórico:

$$(1.0 < pH)$$

El grabado ácido consiste en exponer la malla de fibras colágenas al aplicar ácido fosfórico entre un 35% y 37% que genera un aumento del nivel de permeabilidad a los fluidos conforme a la distancia a la pulpa a costa de una desmineralización y lavado de cristales y de componentes orgánicos no colagenosos que desnaturaliza y se inactiva transitoriamente la función proteolítica, además, libera factores de crecimiento del tipo TGF- β 1 y otras proteínas no colágenas (Pashley, et al., 2004). En este punto, se precisa que el ácido acondicionador por sí mismo, no produce toxicidad o efectos adversos en la pulpa, pero se puede presentar una degradación a largo plazo, como consecuencia de espacios de dentina afectada no infiltrada debido a la diferencia que el sustrato registra en toda su superficie (Nakabayashi, et al., 1991)

Los sistemas de pregrabado simplifican el proceso de acondicionamiento y preparación del sustrato en un solo paso, no hay pasos intermedios de lavado y secado y se perfilan como la técnica que más baja desmineralización produce en la superficie dentinal, favoreciendo la penetración de monómeros (Perdigao, et al., 2014)

Tabla 2. *Ventajas y desventajas de los sistemas de autograbadores*

Ventajas	Desventajas
La desmineralización e infiltración de la dentina ocurren simultáneamente; Durante el procedimiento adhesivo no hay que lavar tras el grabado, por eso se considera una técnica más rápida. No son tan sensibles a las diversas condiciones de humedad de la dentina. Se pueden utilizar como materiales desensibilizantes. Su aplicación es higiénica. Presentan una composición consistente y estable	Los estudios a largo plazo son todavía insuficientes. Aún se requieren más pruebas clínicas referentes a la adhesión al esmalte. así mismo se han realizado búsquedas e investigaciones de casas comerciales que manejan sistemas adhesivos autograbadores tales como: Clearfil SE Bond Kuraray Co.Ltd, Prompt-L- Pop ESPE, NRC-Non-Rinse Conditoner + Prime & Bond NT Dentsply De Trey, Resulcin Aquaprime + Monobond Merz Dental y Etch & Prime 3.0 Degussa AG. Los sistemas adhesivos monocomponentes: Prime & Bond NT Dentsply de Trey y Scotchbond 1 3M. La resina compuesta: Tetric Ceram Ivoclar Viivadent.

Fuente: elaboración propia

Para preparar las superficies se siguen los siguientes parámetros: se pulen las superficies vestibulares de los dientes utilizando discos de SiC hasta obtener una superficie plana y preparada del esmalte. Se eliminan las raíces y se rellena la cámara pulpar con resina compuesta con el propósito de realizar la medición para prueba de microtensión, seguidamente, se elimina la capa superficial de esmalte aprismático y se adhiere una capa de composite en la superficie palatina.

Las superficies vestibulares tratadas con los adhesivos se aplican de cuatro formas:

1. Según las indicaciones de cada fabricante.
2. Realizando el grabado con ácido fosfórico del esmalte previamente con ácido.
3. Dejando actuar el adhesivo el doble de tiempo del recomendado por los fabricantes antes de la fotopolimerización, dos tiempos.
4. Aplicando el doble de capas de adhesivo.

Al aplicar según el fabricante no se presentan diferencias estadísticamente significativas entre los valores de resistencia adhesiva, con ácido fosfórico, el sistema Etch & Prime 3.0 presenta valores de resistencia adhesiva más altos que los valores presentados por los demás adhesivos. Dejando el doble de tiempo, el sistema Etch & Prime 3.0 presenta valores de resistencia adhesiva estadísticamente más altos que los valores presentados por los demás adhesivos. El sistema NRC + Prime & Bond NT presenta valores estadísticamente más bajos que el resto. Y por último aplicar el doble de capas, los sistemas Etch & Prime 3.0, Scotchbond 1 y

Prompt-L-Pop presentan valores de resistencia adhesiva estadísticamente más altos que los valores presentados por los sistemas de aplicación única (Fujiwara, et al., 2018).

Las técnicas de autograbado con adhesivos universales presenta mayor resistencia en comparación con las técnicas de autograbado y enjuague, a pesar de esto, la durabilidad es aún cuestionable (Zhang, et al., 2016). En cuanto a la estabilidad, el desempeño es mejor en la técnica de grabado y enjuague en comparación con el autograbado (Zecin-Deren, et al., 2019).

Efectos del adhesivo de dentina universal con HEMA

El uso del hidroxietil 2-metil-prop-2-enoato de etilo HEMA que incluye monómeros hidrofílicos e hidrofóbicos, solventes y aditivos se comporta como un agente humectante que mejora difusión de adhesivos en la profundidad de la dentina desmineralizada y contribuye a inhibir la separación de los adhesivos, con todo, presenta una característica adversa por la pérdida de propiedades mecánicas de los adhesivos polimerizados. Este fenómeno se da por la estructura química del monometacrilato que produce degradación hidrolítica de la capa adhesiva (Torkabadi, et al., 2008). Otra desventaja del uso del HEMA, es la por muerte celular en la pulpa dental humana ,debido al alto grado de citotoxicidad por el contacto directo del componente 2-hidroxi-etil-metalicrato en contacto directo con los fibroblastos, afectando los odontoblastos y como consecuencia se modifica fisiológicamente la pulpa (da Silva, et al., 2018).

El principio básico de los adhesivos con mezclas azeotrópicas en los primers es que actúan como buscadores de agua para desplazarla y generar el tránsito de monómeros dentro de la resina desmineralizada y humectada favoreciendo la hibridización. Estos monómeros resinosos hidrofílicos son HEMA, acrilato de ácido fosfórico en un componente o combinado con los monómeros hidrófugos, químicamente con extremos hidrófilos por ser macromoléculas anfibólicas, que incrementan la absorción de agua durante su aplicación y disminuyen sus propiedades mecánicas (Yoshiyama, et al., 2002)

La evidencia empírica in vitro e in vivo indica que la perfusión no se detiene con ningún SAR como lo es por el barro dentinario (Tay & Pashley, 2001). Durante la fase de preparación, la acción del instrumental rotatorio genera el barro dentinario que se forma por la mezcla de los líquidos de irrigación y restos de tejido necrótico, bacterias, células sanguíneas, prolongaciones dentinoblásticas y virutas de hidroxiapatita (McComb & Smith , 1975). Luego del proceso de

fotocurado, los monómeros asumen cualidades de membranas semipermeables, aún ante el bloqueo de los túbulos por barro dentinario, se despeja a la hidrólisis (Sano, 2006).

Propiedades físicas y químicas de solventes en adhesivos

Uno de los factores que afecta las propiedades de manejo de los adhesivos es el solvente, que actúa como un vehículo volátil que transporta los monómeros de los primers, en particular porque mejoran la humedad, lo cual facilita la penetración de los monómeros tanto hidrofílicos como hidrofóbicos. Una vez realizada la infiltración de la malla de fibras colágenas expuesta, se aprecia que el solvente ha actuado y debe removerse vía evaporación.

Al incorporar solventes como acetona o alcohol levantan el agua por presión y crean un ambiente favorable para la volatilización del agua. Por ejemplo, cuando se mezcla acetona- resina o alcohol – resina y entra en contacto el agua, se produce una reducción en la tensión superficial de la dentina, se humecta el área, se expulsa el agua y simultáneamente, la superficie recibe el efecto de los monómeros, esto sucede por el equilibrio triado entre funciones del primers, agua y resina adhesiva (Agostini, et al., 2001).

Acetona

Tabla 3. *Propiedades físicas y química de la acetona*

Sinónimos	Dimetil Cetona - 2-Propanona - Dimetil Formaldehído - Cetona Propano - Éter Piroacético
Formula química	C_3H_6O
Estructura molecular	$ \begin{array}{c} O \\ \\ CH_3 - C - CH_3 \end{array} $
Concentración	99.5%
Peso molecular	58.08
Estado físico	Líquido
Apariencia	Incoloro
pH	No reportado
Solubilidad	Soluble en el agua y en alcohol etílico
Estabilidad química	Moderada
Presión de vapor	200 mm Hg a 37°C

Fuente: (Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM, 2019)

Es un agente químico de alta presión de vapor de 200 mm Hg a 37°C, que no cuenta con capacidad de volver a humedecer la superficie de la dentina deshidratada, lo que explica la razón por la cual la malla de fibras colágenas colapsada no se expande ni se infiltra, es decir, que los primers a base de acetona no actúan en la superficie de la dentina seca (Finger & Balkenhol,

2000). En todo caso, estos primers actúan bien en dentina húmeda, esto porque la malla de fibras colágenas se encuentra expandida y el solvente puede infiltrar con facilidad esta malla.

Agua

Tabla 4. *Propiedades físicas y químicas del agua*

Formula química	H ₂ O
Estructura molecular	$\begin{array}{c} \text{O} \\ / \quad \backslash \\ \text{H} \quad \quad \text{H} \end{array}$
Densidad	0.999 g/cc a 20°C
Peso molecular	18.01528 g/mol
Estado físico	Líquido
Apariencia	Incolora
pH	Neutro
Presión de vapor	47 mm Hg a 37°C

Fuente: (AWWA, 1995)

Funciona como el extremo opuesto de la acetona, cuenta con capacidad de rehumedecer, es decir, puede infiltrar y expandir la malla de fibras colágenas colapsada. Se usa en dentina seca, debido a que si se utiliza en dentina húmeda, se dificulta el sellado tubular porque no se da la formación de los tags de resina (Lucena, et al., 1999). Al presentar baja presión de vapor, su remoción se dificulta al infiltrarse la malla de fibras colágenas.

Etanol

Tabla 5. *Propiedades físicas y química del etanol*

Sinónimos	Alcohol etílico
Formula química	H ₃ C -CH ₂ -OH
Estructura molecular	$\begin{array}{ccccccc} & \text{H} & & \text{H} & & & \text{H} \\ & & & & & & / \\ \text{H} & - & \text{C} & - & \text{C} & - & \text{O} \\ & & & & & & \\ & \text{H} & & \text{H} & & & \end{array}$
Peso molecular	46.07
Estado físico	Líquido
Apariencia	Incoloro
pH	7
Solubilidad	En agua miscible
Estabilidad química	Volátil
Presión de vapor	115 mm Hg a 37°C

Fuente: Royal Society Chemistry (2015)

Cuenta con la capacidad de trabajar sobre dentina seca o húmeda. Cuando se aplica en dentina seca, se aumenta el tiempo de contacto, mientras que en dentina húmeda, es necesario aplicar varias capas.

En general, los primers de un solo frasco contienen una base de acetona, alcohol o agua, o una combinación de acetona y agua, es decir, mezclas azeotrópicas.

Efectos del adhesivo de dentina universal libre de HEMA

La iniciativa de usar componentes de agente adhesivo libres de HEMA fue sugerida por (Chigira, et al., 1989) y como primers de dentina alternativos, se usaron: monometacrilato de glicerilo GM, monometacrilato de meso-eritritol EM y soluciones de monil metacrilato de xilitol XM. El efecto cruzado de GM, EM y XM exhibió una eficacia significativa mayor que el HEMA al medir la contracción de polimerización de pared a pared, también fue posible evitar en su totalidad la formación de vacíos de resina activada por la luz.

Otra base de dentina libre de HEMA fue desarrollada por (Ohhashi et al., 1997) con un compuesto de solución de etilenglicol EG y 6-hexanodiol HD a concentraciones entre el 25% y 75%, bajo la premisa de disminuir los síntomas de reacción alérgica atribuidas al grupo de los metacrilatos y sus derivados. En efecto, el uso de soluciones de alcohol polivalente como etanol libres de metacrilato, sugirió que la polimerización libre de HEMA es eficaz como primers de dentina pues se mejoró la penetración y humectabilidad del monómero y se evitaron completamente los espacios de contracción, además, se registró una resistencia a la tracción de 17.5 +/- 4.4. MPa, promoviendo la eficacia de la interfase.

Información complementaria del uso de adhesivos universales libres de HEMA, se pueden obtener por análisis TEM al comparar diferentes métodos de aplicación: Aplicación Pasiva AP, Aplicación Activa AA y Aplicación Ultrasónica AU. En las tres aplicaciones la capa híbrida presenta un grosor de 1 μm y desmineralización de la hidroxiapatita, aunque de las tres, las de mejor desempeño en términos del rendimiento de unión para el adhesivo libre de HEMA son las AA y UA gracias al aumento de la penetración del primers en la dentina grabada, creando un ambiente propicio para la elevar la micromecánica, el enclave y la interacción química; por su parte la AP revela burbujas de agua en la capa adhesiva, situación que no favorece la adhesión (Jang, et al., 2018).

Gracias a la popularidad de los adhesivos simplificados libres de HEMA, se ha comprobado la efectividad clínica

7. DISCUSIÓN

En esta revisión de literatura se confirma que la operatoria dental tiene como objetivo principal recuperar y mantener la salud dental con la adecuada utilización de materiales y tratamientos que protejan funcional y estéticamente la estructura dental. Del mismo modo, se vale observar la calidad de aquellos adhesivos que inhiban la degradación hidrolítica y simultáneamente aumenten la longevidad de la restauración.

El inicio de la discusión parte del anuncio de Hayakawa, et al., (1989), quienes sustentan que el metacrilato de 2- hidroxietil 2 HEMA es uno de los principales componentes del agente adhesivo de primers de dentina que funciona al expandir la red de fibras de colágeno, en la cual, se mejora la humectabilidad de la dentina que favorece la interfase dentina – material restaurador, es decir que se resalta la eficacia de la interacción entre resina y la superficie de la cavidad dentaria, pese a esto, el monómero 2-HEMA presenta un efecto secundario en la piel, el tejido y la mucosa oral que se desencadena una reacción alérgica tardía en forma de dermatitis. Para contrarrestar este efecto Ohba, et al., (1998), proponen el uso de metacrilato esterificado con alcohol polivalente.

De otro lado, Toledano, et al., (2007) confirman que una ventaja de la mezcla de HEMA y alcohol humecta la superficie dentinal que ha sido acondicionada por ácido y mantiene la malla de fibras colágenas expandida una vez se han evaporado los solventes, se facilita la infiltración de monómeros en contraste con De Munck, et al., (2003), al observar que el sistema de grabado y enjuague de dos pasos Single Bond SB que se basa en una mezcla de HEMA y alcohol, es sensible a la técnica, no obstante, esta situación se compensa por presentar valores altos de MTBS a la dentina cuando se compara con otros adhesivos de grabado total.

Van Landuyt K. et al., (2008) comprobaron que el 10% es la cantidad óptima de HEMA que mejora la eficacia de unión de un autograbado de un solo paso al favorecer la humectación, pero se precisa que al examinar el proceso con una cantidad superior al 10%, se genera un efecto adverso en el enlace que no mejora las fuerzas de unión y conduce a gotas por ósmosis y genera polimerización reducida por la atracción de agua por HEMA como inhibición de oxígeno. Otro aspecto que se resalta del uso de adhesivos con HEMA en el cual se potencian las propiedades mecánicas, se mejora el proceso de fotopolimerización y se aumenta la compatibilidad de

retención de agua, se da con el aumento de la funcionalidad del monómero de metacrilato de siloxano (Ge, et al., 2014).

Barbosa, et al., (2015) han probado el efecto de reemplazar HEMA por monómeros tensioactivos de metacrilato sobre toxicidad de sistemas adhesivos de dentina autograbantes son menos citotóxicos. Y en ese mismo contexto, en un estudio realizado por Tekçe, et al., (2018) al evaluar el rendimiento clínico de los adhesivos de autograbado con HEMA y libres de HEMA con y sin sellamiento de superficie, el resultado fue favorable después de dos años, lo que significa que las restauraciones no fallaron y presentaron cambios clínicamente aceptables, en cuanto a decoloración marginal y adaptación marginal, o sea que un monómero funcional específico puede actuar iónicamente con hidroxiapatita formando un autoensamblaje, pero los adhesivos de un solo paso sin HEMA son propensos a la separación de fases por ser mezclas azeotrópicas complejas.

Consecuentemente con la evaluación realizada por Bacelar, et al., (2017) no se presentan cambios significativos en el sellado de la dentina, la micropermeabilidad y la resistencia de la unión a la dentina por la ausencia de HEMA en los adhesivos

La degradación hidrolítica de la capa híbrida aumenta progresivamente con el tiempo, por esto, con la longevidad se manifiesta una disminución moderada de la fuerza adhesiva y de fallas en la interfase dentina- adhesivo, fundamentalmente porque el componente resinoso del metacrilato es catalizado por esterasas de la matriz dentinaria. Otro tipo de degradación en los sistemas adhesivos se da por la formación de nanofiltración en la interfase dentina-adhesivo resinoso, en otras palabras, el fluido dentinario altera micromorfológicamente la dentina con desajustes de adelgazamiento en la malla de fibras colágenas y engrosamiento del espacio interfibrilar, éste fenómeno es común en sistemas autograbadores de un solo paso hidrofílicos y con polimerización incompleta en presencia acuosa por sus características semipermeables (Donmez, et al., 2005).

Se afirma que existe riesgo a la integridad de la interfase resina-dentina por adhesivos de un solo paso con HEMA y libres de HEMA, aunque en general, los sistemas adhesivos generan degradación por actividad collagenolítica y proteolítica que se asocia con la acidez del SAR (Mazzoni, et al., 2006). Por supuesto que este fenómeno trae secuelas que deben ser abordadas clínicamente, iniciando por conocer la superficie media y profunda de la dentina, gracias a la

presencia de prolongaciones odontoblásticas al interior de los túbulos para asegurar biológicamente el proceso restaurador con SAR.

Desde una perspectiva muy reciente Brignardello (2018), afirma que en términos de rendimiento clínico de adhesivos con HEMA y adhesivos libres de HEMA en restauración de lesión cervical no cariosa, no se presentan diferencias importantes.

BIBLIOGRAFÍA

- Mandagarán, B., & Campanella, E. (2008). Cálculo y predicción de azéótropos multicomponentes con modelos de coeficientes de actividad. *Información Tecnológica* , 19 (5), 73 - 84.
- Sabatini, C., & Pashley, D. (2014). Mechanisms Regulating the Degradation of Dentin Matrices by Endogenous Dentin Proteases and their Role in Dental Adhesion. A Review. *Am J Dent* , 27 (4), 203-214.
- Carrillo, C. (2005). Capa Híbrida. *Revista de la Asociación Dental Mexicana* , 62 (5), 181-184.
- Vola, J. (2014). Influencia de los inhibidores de las metaloproteinasas, agentes reticuladores y remineralización biomimética en el alongevidad de la unión adhesiva. *Actas Odontológicas* , XI (2), 10-21.
- LeGeros, R. (1990). Chemical and crystallographic events in the caries process. *J Dent Res* , Feb (69), 567 -564.
- Pashley, D. (1989). Dentin: a dynamic substrate--a review. *A review scan microsc* (3), 161 - 176.
- Orchardson, R., & Cadden, S. (2001). An update on the physiology of the dentine-pulp complex. *Dent Update* , 28 (4), 208 - 209.
- Gomes, M. (2004). Sistemas adhesivos autograbadores en esmalte: ventajas e inconvenientes. *Av. Odontoestomatol* , 20 (4), 193 - 198.
- Wahl , D., & Czemuszka, J. (2006). Collagen - hidroxyapatite composites for hard tissue repair. *European Cells and Materials* , 11, 43 - 56.
- Wang, J., & Hume, W. (1988). Diffusion of hydrogen ion and hydroxyl ion from various sources through dentine. *Int Endod J* , 21 (1), 17 - 26.
- Ring, M. (1995). *Historia de la odontología*. Barcelona: Mosby-Doyma.
- Aleman, C. (2004). La evolución de la adhesión a dentina. *Avances en Odontoestomatol* , 20 (1), 11 - 17.

Allen, K. (1993). Current theories of adhesion and their relevance to adhesive technology. *Journal de Physique* , 3 (7), 1511 - 1516.

Söderholm, K. J. (December de 2007). Dental adhesives how it all started and later evolved. *Erratum in: J Adhes Dent* .

Kanca, J. (2005). Dentin bonding system nomenclature: the next generation. *J Esthet Restor Dent* , 17 (5), 271 - 272.

Moncada, J. M. (Junio de 2005). Tesis doctoral. *Estudio comparativo de la eficacia de adhesivos autograbantes, ante la filtración marginal* . Tijuana, Baja California, México: Editioal de la Universida de Granada.

Nass, L., & Carpentieri, A. (2017). Correlación entre el Comportamiento Térmico y Composición de Sistemas Adhesivos. *Int. J. Odontostomat* , 11 (1), 53 -60.

Pashley, D., Tay, F., Yiu, C., Hashimoto, M., Breschi, L., Carvalho, R., et al. (2004). Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J. Dent Res* , 83 (3), 216 - 221.

Zhang, Z., Tian, F., Niu, L., Ochala, K., Chen, C., Fu, B., et al. (2016). Defying ageing: An expectation for dentine bonding with universal adhesives? *J Dento* (45), 43 - 58.

McComb, D., & Smith , D. (1975). A preliminary scanning electron microscopic study of root canals after endodontic procedures. *J Endod.* , 1 (7), 238 - 242.

Sano, H. (2006). Microtensile testing, nanoleakage, and biodegradation of resin-dentin bonds. *J Dent Res.* , 85 (1), 11- 14.

Instituto de Hidrología, Meteorología y Estudios Ambientales IDEAM. (2019). *Catalogo Acetona*. Bogota: Minambiente.

Finger, W., & Balkenhol, M. (2000). Rewetting strategies for bonding to dry dentin with an acetone-based adhesive. *J Adhes Dent* , 2 (1), 51 - 56.

AWWA. (1995). *Standard Methods for the examination of water and waste-waters*. Washington.

Van Landuyt, K. L., Snauwaert , J., De Munck, J., Peumans, M., Yoshida, Y., Poitevin, A., et al. (2007). Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* , 28 (26), 3757 -85.

Silva, J., Hoffman, O., Rossell, R., & Rodríguez, D. (2002). Principios de adhesión dentinaria. *ODOUS Científica - Revista de la Facultad de odontología Universidad de Carabobo* , 3 (2).

Valenzuela, V., Garcia, D., & Zamorano, X. (2011). Micromorfología de la capa híbrida de dos sistemas adhesivos. Análisis al MET. *Avances en Odontoestomatol* , 8 (3), 133-140.

Betancourt, D., Baldion, P., & Castellanos, J. (2019). Resin-Dentin Bonding Interface: Mechanisms of Degradation and Strategies for Stabilization of the Hybrid Layer. *International Journal of Biomaterials* , 1-11.

Lambrechts, P., Meerbeek, B., Pedigao, J., & Vanherle, G. (2000). Adhesives: Dos and Don'ts. In J. Roulet, & M. Dégrange, *Adhesion the Silent Revolution in Dentistry* (pp. 45 - 60). Chicago: Quintessence Publishing Co.

Buonocore, M., Wileman, W., & Brudevold, F. (1956). A Report on a Resin Composition Capable of Bonding to Human Dentin Surfaces. *Journal of Dental Research* , 35 (6), 846 - 851.

Agostini, F., Kaaden, C., & Powers, J. (2001). Bond strength of self-etching primers to enamel and dentin of primary teeth. *Pediatric Dentistry* , 23 (6), 481-486.

Perdigao, J., Swift, E., & Walter, R. (2014). Fundamental Concepts of Enamel and Dentin Adhesion. In H. Heymman, E. Swift, & A. Ritter, *Sturdevant's Art & Science of Operative Dentistry* (4th ed., pp. 236 -264). St. Louis: Mosby, Inc.

Toledano, M., Yamaut, M., Ruiz-Requema, M., & Osorio, R. (2012). A ZnO-doped adhesive reduced collagen degradation favouring dentine remineralization. *J Dent* , 40 (9), 756 -765.

Tay, F., Pashley, D., & Hiraishi, N. (2005). Tubular Occlusion Prevents Water-treeing and Through-and-Through Fluid Movement in a Single-bottle, One-step Self-etch Adhesive Model. *Journal of Dental Research* , Oct (1).

Lohbauer, U., Nikolaenko, S., Petschelt, A., & Frankenberger, R. (2008). Resin tags do not contribute to dentin adhesion in self-etching adhesives. *J Adhes Dent* , 10 (2), 97 - 103.

Wakasa, K., Yamaki, M., & Matsui, A. (1995). Calculation models for average stress and plastic deformation zone size of bonding area in dentine bonding systems. *Dent Mater J* (14), 152 165.

Sundfeld, R., de Oliveira, C., Da Silva, A., Briso, A., & Sundfed, M. (2005). Resin tag length of one-step and self-etching adhesives bonded to unground enamel. *Bull Tokyo Dent Coll* , 46 (3), 43 -43.

Barbosa, M., de Carvalho, R., Demarco, F., Ogliari, F., Zanchi, C., Piva, E., et al. (2015). Experimental self-etching HEMA-free adhesive systems: cytotoxicity and degree of conversion. *J Mater Sci Mater Med* , 26 (1), 5370.

Xu, H., Smith, D., Jahanmir, S., Romberg, E., Kelly, J., Thompson, V., et al. (1998). Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. *J Dent Res* , 77 (3), 472 - 480.

Marshall, G., Marshall, S., Kinney, J., & Balooch, M. (1997). The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *Journal of Dentistry* , 25 (6), 441 - 458.

Fosse, G., Saele, P., & Eide, R. (1992). Numerical density and distributional pattern of dentin tubules. *Acta Odontol Scand* , 50 (4), 201 -210.

Nakabayashi, N., Kojima, K., & Masuhara, E. (1982). The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* , 16 (3), 265 -273.

da Silva, T., de Castro, R., Magno, M., Maia, L., & Silva E Souza, M. (2018). Do HEMA-free adhesive systems have better clinical performance than HEMA-containing systems in noncarious cervical lesions? A systematic review and meta-analysis. *J Dent* (74), 1 - 14.

Hayakawa, R., Takeuchi, Y., & Kojima, S. (1989). Occupational allergic contact dermatitis due to 2-hydroxy-ethyl methacrylate (in Japanese). *Hifu* (7), 17- 23.

Ohba, M., Manabe, A., Itoh, K., Hisamitsu, H., & Wakumoto, S. (1998). 2-HEMA-free Dentin Bonding System to Prevent Contraction Gap. *Dental Materials Journal* , 17 (1), 83 -88.

Muñoz, M. A., Luque, I., Hass, V., Reis, A., Dourado, A., & Campanha, N. (2013). Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *Journal of dentistry* (41), 404 - 411.

Aoki, K., Kitasako, Y., Ichinose, S., Burrow, M., Ariyoshi, M., Nikaido, T., et al. (2011). Ten-year observation of dentin bonding durability of 4-META/MMA-TBB resin cement —a SEM and TEM study. *Dental Materials Journal* , 30 (4), 438 - 447.

Muñoz, M. A., Sezinando, A., Luque, I., Szesz, A. L., Reis, A., Loguercio, A., et al. (2014). Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives. *Journal of Dentistry* (42), 595 - 602.

Hanabusa, M., Mine, A., Kuboki, T., Momoi, Y., Van Ende, A., & Van Meerbeek, B. (2012). Bonding effectiveness of a new "multimode" adhesive to enamel and dentine. *Journal of Dentistry* (40), 475 -484.

De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A Critical Review of the Durability of Adhesion to A Critical Review of the Durability of Adhesion on Tooth Tissue: Methods and Results. *Journal of Dental Research* , 84 (2), 118-132.

De Munck, J., Van Meerbeek, B., Yoshida, Y., Inoue, S., Vargas, M., Suzuki, K., et al. (2003). Four year water degradation of total - etch adhesives bonded to dentin. *J. Dent Res* (82), 136 -140.

Toledano, M., Osorio, R., Osorio, E., Aguilera, F., Yamauti, M., Pashley, D., et al. (2007). Durability of resin-dentin bonds: effects of direct/indirect exposure and storage media. *Dental Materials* , 23 (7), 885 -892.

Van Landuyt, K., Snauwaert, J., Peumans, M., De Munck, J., Lambrechts, P., & Van Meerbeek, B. (2008). The role of HEMA in one-step self-etch adhesives. *Dental Materials* (24), 1412 -1419.

Tekçe, N., Demirci, M., Tuncer, S., & Göktürk, S. (2018). Effect of Surface Sealant Reapplication on Clinical Performance of HEMA-containing and HEMA-free Self-etch Adhesives: Two-year Results. *Operative Dentistry* , 43 (5), 488 - 500.

Lucena, C., González, M., Ferrer, C., Róbles, V., & Navajas, J. (1999). Study of the shear bond strength of five one-component adhesives under simulated pulpal pressure. *Oper Dent* (24), 73 - 80.

Royal Society Chemistry. (2015). *Propiedades físicas y químicas del etanol*.

Pasillo, R., Septier, D., Embery, G., & Goldberg, M. (1999). Stromelysin-1 (MMP-3) in forming enamel and predentine in rat incisor-coordinated distribution with proteoglycans suggests a functional role. *Histochem J* , 31 (12), 761 - 770.

Nakabayashi, N., Nakamura, M., & Yasuda, N. (1991). Hybrid layer as a dentin-bonding mechanism. *J Esthet Dent* , 3 (4), 133 - 138.

Tay, F., Carvalho, R., & Pashley, D. (2004). Water movement across bonded dentin - too much of a good thing. *J Appl Oral Sci* , 12 (Spec), 12 -25.

Tay, F., & Pashley, D. (2001). Aggressiveness of contemporary self- etching systems. I: Depth of peneration beyond dentin smear layers. *Den Mater* , 17 (4), 296 - 308.

Yoshiyama, M., Tay, F., Doi, J., Nishitani, Y., Yamada, T., Itou, K., et al. (2002). Bonding of self-etch and total-etch adhesives to carious dentin. *J Dent Res.* , 81 (8), 556 -560.

Donmez, N., Belli, S., Pashley, D., & Tay, F. (2005). Ultrastructural correlates of in vivo/in vitro bond degradation in self-etch adhesives. *J Dent Res.* , 84 (4), 355- 359.

Mazzoni, A., Pashely, D., Nishitani, Y., Breschi, L., Mannello, F., Tjäderhane, L., et al. (2006). Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. *Biomaterials* , 27 (25), 4470 - 4476.

Mjör, I., Sveen, O., & Heeyeraas, K. (2001). Pulp-dentin biology in restorative dentistry. Part 1: normal structure and physiology. *Quintessence In* , 32 (6), 427 -446.

Carrilho, E., Cardoso, M., Marques, M., Marto, C., Paula, A., & Coelho, A. (2019). 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability—A Systematic Review. *Materials* , 12 (790), 1- 18.

Chigira, H., Manabe, A., Iton, K., Wakumoto, S., & Hayakawa, T. (1989). Efficacy of glyceryl methacrylate as a dentin primer. *Dent Mater J.* , 8 (2), 194- 199.

Ohhashi, M., Chigira, H., Itoh, K., Hisamitsu, H., & Wakumoto, S. (1997). Effects of polyvalent alcohol solutions as dentine primers. *J Dent.* , 25 (2), 161 -166.

Nakazawa, Y., Seino, E., Ushiki, T., Ogata, T., Hirai, Y., Kawada, E., et al. (1999). Microhardness evaluations of resin-dentin bonding areas by nano-indentatios. *Bull. Tokyo dent. Coll* , 40 (1), 47 - 54.

Van Meerbeek, B., Willems, G., Celis, J., Roos, J., Braen, M., Lambrechts, P., et al. (1993). Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area. *J Dent Res* , 72 (10), 1434 1442.

Endo, T., Kusunoki, M., Itoh, K., Tachikawa, T., Oikawa, M., Tani, C., et al. (2007). SEM and TEM Observation of Ultra Microstructure at Adhesive Interface between Resin and Caries Affected Dentin. *J Showa Univ. Dent. Soc.* (27), 173 -180.

Kong, K., Hiraishi, N., Nassar, M., Otsuki, M., Yiu, C., & Tagami, J. (2016). Effect of phytic acid etchant on resin-dentin bonding: Monomer penetration and stability of dentin collagen. *Journal of Prosthodontic Research* , 6 (3), 251 - 258.

Torkabadi, S., Nakajima, M., Ikeda, M., Foxton, R., & Tagami, J. (2008). Bonding durability of HEMA-free and HEMA-containing one-step adhesives to dentine surrounded by bonded enamel. *J Dent.* , 36 (1), 80 -86.

Jang, J. H., Jeon, B., Mo, S. Y., Park, M., Choi, K. K., & Kim, D. S. (2018). Effect of various agitation methods on adhesive layer formation of HEMA -free universal dentin adhesive. *Dental Materials Journal* , 38 (1), 101 -106.

Kusunoki, M., Itoh, K., Tkahashi, Y., & Hisamitsu, H. (2006). Contraction gap versus shear bond strength of dentin adhesive in sound and sclerotic dentins. *Dental Materials Journal* , 25 (3), 573 -583.

Valenzuela, V., García, D., & Zamorano, X. (2012). Micromorfología de la capa híbrida de dos sistemas adhesivos. Análisis al MET. *Avances en Odontoestomatología* , 28 (3), 133 -140.

da Silva, K., Calvo, A., Sipert, C., Dionisio, T., de Lima, M., Atta, M., et al. (2018). Dental pulp fibroblast response after stimulation with HEMA and Adhesive System. *Brazilian Dental Journal* , 29 (5), 419 -426.

Furukawa, M., Shigetani, Y., Finger, W., Hoffmann, M., Kanehira, M., Endo, T., et al. (2008). All-in-one self-etch model adhesives: HEMA-free and without phase separation. *Journal of dentistry* (36), 402-408.

Brignardello, R. (2018). No important differences in the clinical performance of adhesives containing and not containing 2-hydroxyethyl methacrylate in noncarious cervical lesion restorations. *J Am Dent Assoc* (12), 157.

Fujiwara, S., Takamizawa, T., Barkmeier, W., Tsujimoto, A., Imai, A., Watanabe, H., et al. (2018). Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. *J Mech Behav Mater* , Jan (77), 501 -509.

Zecin-Deren, A., Sokolowski, J., Szczesio, A., Piwonski, I., Lukomska, M., & Lapinska, B. (2019). Multi-Layer Application of Self-Etch and Universal Adhesives and the Effect on Dentin Bond Strength. *Molecules*, 24 (2), E345.

DeVito, A., Francci, C., Vidal, C., Scaffa, P., Nesadal, D., Yamasaki, L., et al. (2016). Phosphoric acid concentration affects dentinal MMPs activity. *J Dent* (53), 30 - 37.

Huang, B., Cvitkovitch, D., Santerre, J., & Finer, Y. (2018). Biodegradation of resin-dentin interfaces is dependent on the restorative material, mode of adhesion, esterase or MMP inhibition. *Dent Mater*, 34 (9), 1523 -1562.

Zhang, M., Cai, S., Zhang, F., Xu, G., Wang, F., Yu, N., et al. (2017). Preparation and corrosion resistance of magnesium phytic acid/hydroxyapatite composite coatings on biodegradable AZ31 magnesium alloy. *J. Mater Sci Mater Med*, 28 (6), 82.

Ge, X., Ye, Q., Song, L., Misra, A., & Spencer, P. (2014). Synthesis and evaluation of novel siloxane-methacrylate monomers used as dentin adhesives. *Dent Mater*, 30 (9), 1073 -1087.

Bacelar, S., Sauro, S., Abuna, G., Vitti, R., Nikaido, T., Tagami, J., et al. (2017). Adhesion Evaluation of Dentin Sealing, Micropermeability, and Bond Strength of Current HEMA-free Adhesives to Dentin. *J Adhes Dent*, 19 (4), 357 - 364.