

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA**

DIEGO ALONSO MELENDEZ MURILLO

**DESEMPENHO DE ADESIVOS UNIVERSAIS CONTENDO OU NÃO SILANO NA
ADESÃO À DENTINA: UM ESTUDO *IN VITRO***

**PONTA GROSSA
2026**

DIEGO ALONSO MELENDEZ MURILLO

**DESEMPENHO DE ADESIVOS UNIVERSAIS CONTENDO OU NÃO SILANO NA
ADESÃO À DENTINA: UM ESTUDO *IN VITRO***

Dissertação apresentada como pré-requisito para obtenção do título mestre em Odontologia pela Universidade Estadual de Ponta Grossa, no Curso de Mestrado em Odontologia - Área de Concentração: Dentística Restauradora. Linha de Pesquisa: Propriedades Físico-Químicas e Biológicas dos Materiais Odontológicos.

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio

**PONTA GROSSA
2026**

M519 Melendez Murillo, Diego Alonso
Desempenho de adesivos universais contendo ou não silano na adesão à dentina: um estudo *in vitro* / Diego Alonso Melendez Murillo. Ponta Grossa, 2026. 54 f.

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

Orientador: Prof. Dr. Alessandro Loguercio.

1. Adesivos dentinários. 2. Silano. 3. Durabilidade dos materiais. I. Loguercio, Alessandro. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Dentística Restauradora. III.T.

CDD: 617.695

Diego Alonso Melendez Murillo

Desempenho de adesivos universais contendo ou não silano na adesão à dentina: um estudo in vitro

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

Documento assinado digitalmente
 **ALESSANDRO DOURADO LOGUERCIO**
Data: 20/04/2026 17:23:43-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio - Orientador
Universidade Estadual de Ponta Grossa

Documento assinado digitalmente
 **CESAR AUGUSTO GALVAO ARRAIS**
Data: 21/04/2026 10:58:29-0300
Verifique em <https://validar.iti.gov.br>

Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais
Universidade Estadual de Ponta Grossa



Prof Dr. John Alexis Dominguez
Universidad Peruana Cayetano Heredia

Ponta Grossa, 06 de fevereiro de 2026

DADOS CURRICULARES

DIEGO ALONSO MELENDEZ MURILLO

NASCIMENTO	10 - 11 - 1994 Lima - Peru
FILIAÇÃO	Antonio Melendez Gomez Lucy Murillo Manrique
2013 – 2017	Curso de Graduação em Odontologia. Universidad Peruana Cayetano Heredia (UPCH), Lima, Peru.
2018 – 2019	Curso de Aperfeiçoamento em Dentística Restauradora. Universidad Peruana Cayetano Heredia (UPCH), Lima, Peru.
2020 – 2022	Curso de Especialização em Dentística Restauradora. Universidad Peruana Cayetano Heredia (UPCH), Lima, Peru.
2024 – 2026	Curso de Pós-graduação em Odontologia. Área de concentração: Dentística Restauradora. Nível Mestrado em Odontologia. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG), Ponta Grossa, PR, Brasil.
2026 – Em andamento	Curso de Especialização em Prótese Dentária. Instituto Latino Americano de Pesquisa e Ensino Odontológico (ILAPEO), Curitiba, PR, Brasil.

AGRADECIMENTOS

A Deus, por conceder-me vida, saúde e força para enfrentar os desafios e perseverar nos momentos de incerteza.

À minha mãe Lucy, exemplo de amor, dedicação e coragem. A você, que sempre acreditou em mim, mesmo quando o caminho parecia difícil, deixo minha gratidão profunda. Seu apoio incondicional e suas palavras de incentivo sustentaram esta caminhada.

À minha avó Anita, que me cuida desde o céu. Sua lembrança e seu carinho seguem iluminando meu caminho e dando forças para seguir.

À minha família, pelo amor, paciência e compreensão ao longo de todo o período de estudos. Cada gesto de carinho e cada renúncia compartilhada tornaram possível esta realização.

Ao meu orientador, Prof. Alessandro Dourado Loguercio, pela oportunidade de fazer parte de seu grupo de pesquisa, pelas valiosas orientações e pelo acompanhamento acadêmico ao longo do desenvolvimento deste trabalho.

Às minhas colegas de mestrado Camila, Eduarda e Leticia, meu carinho e gratidão pelo apoio constante nas etapas experimentais, pela parceria de todos os dias e pela generosidade em compartilhar conhecimento. Obrigado pelas mãos estendidas, pela paciência, pelos incentivos e pelas conversas que tornaram o caminho mais leve.

Aos doutorandos Romina, Pedro e Gabriel, meu agradecimento por me acompanharem em todas as etapas do processo laboratorial e por me ensinarem, com toda a paciência e disposição. A generosidade com que compartilharam conhecimento, sempre com total desprendimento e desinteresse, foi decisiva para esta pesquisa. Obrigado pela amizade, pela presença e pelo cuidado de sempre.

À minha família no Brasil, Camila, Byron, Ivo, Alê e Lary, minha gratidão pelo acolhimento, pelo carinho de casa e pelas conversas que me fizeram sentir pertencente. Obrigado por estarem por perto, por torcerem por mim e por tornarem esta etapa mais leve e feliz, fazendo-me sentir em casa mesmo tão longe.

Ao Brasil, por acolher-me e tornar-se um segundo lar, onde encontrei oportunidades, afeto e propósito. Minha gratidão às pessoas e às experiências que marcaram esta etapa da minha vida.

RESUMO

MELENDEZ DA. **Desempenho de adesivos universais contendo ou não silano na adesão à dentina: um estudo *in vitro*** [Dissertação] - Mestrado em Odontologia – Área de Concentração Dentística Restauradora - Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2026.

Objetivo: Este estudo *in-vitro* avaliou o desempenho de adesivos universais com e sem silano nas propriedades adesivas à dentina no tempo imediato e após termociclagem *in vitro*. *Materiais e métodos:* Sessenta e quatro molares humanos hígidos foram distribuídos aleatoriamente em oito grupos experimentais ($n = 8$), de acordo com: (1) conteúdo de silano, subdividido em dois níveis: adesivos universais sem silano (Scotchbond Universal [SBU] e Ambar Universal APS [AUA]) e adesivos universais com silano (Scotchbond Universal Plus [SUP] e Ambar Universal APS Plus [AUP]); (2) estratégia adesiva, com dois níveis (condicionamento e lavagem [CL] e autocondicionante [AC]); e (3) tempo de armazenamento, com dois níveis (imediato e após envelhecimento por termociclagem [10.000 ciclos]). Os adesivos foram aplicados sobre a dentina oclusal e restaurados com resina composta. Em seguida, os dentes foram seccionados para obtenção de palitos resina–dentina ($0,8 \text{ mm}^2$) destinados às análises de resistência de união à microtração (RU), nanoinfiltração (NI) e grau de conversão (GC). *Resultados:* A termociclagem reduziu significativamente a RU para todos os adesivos ($p < 0,001$), enquanto a presença de silano não exerceu efeito sobre a RU ($p = 0,31$). A estratégia adesiva também influenciou a RU, sendo que CL apresentou valores mais elevados em comparação com AC ($p < 0,001$). Após a termociclagem, os valores de NI não diferiram significativamente entre os adesivos na estratégia CL, independentemente da incorporação de silano. Em contraste, a estratégia AC revelou diferenças significativas, especialmente entre SBU e SUP ($p < 0,00001$). Ao comparar os tempos de armazenamento, a NI apresentou alterações significativas para o SUP na estratégia CL e para todos os adesivos na AC ($p < 0,00001$). Em relação ao GC, os efeitos principais do silano e da estratégia de adesão, bem como a interação entre esses fatores, não foram significativos ($p > 0,05$). *Conclusão:* O desempenho de adesão à dentina dos adesivos universais foi influenciado principalmente pela estratégia adesiva e pelo envelhecimento, enquanto a incorporação de silano teve efeito limitado.

Palavras-chave: Adesivos Dentinários; Silano; Longevidade

ABSTRACT

MELENDEZ DA. **Dentin bonding performance of universal adhesives with and without silane: an *in vitro* study** [Dissertation] – Master of Science in Dentistry – Concentration Area: Restorative Dentistry - State University of Ponta Grossa; 2026.

Objective: To evaluate the dentin bonding performance of universal adhesives (UA) with and without silane, immediately and after thermocycling in vitro. **Material and methods:** Sixty-four sound human molars were randomly allocated into eight experimental groups ($n = 8$) according to: Content of silane, subdivided into 2 levels: UAs without silane (Scotchbond Universal [SBU], and Ambar Universal APS [AUA]), and UAs with silane (Scotchbond Universal Plus [SUP], and Ambar Universal APS Plus [AUP]); 2) Adhesive strategy, with 2 levels (etch-and-rinse [ER] and self-etch [SE]); and 3) Storage time with 2 levels (immediate and after thermocycling aging [10,000 cycles]). Adhesives were applied to occlusal dentin and restored with composite resin. Teeth were then sectioned to obtain resin–dentin bonded sticks (0.8 mm^2) for microtensile bond strength (μTBS), nanoleakage (NL), and degree of conversion (DC) analyses. μTBS and NL were assessed at both time points, while DC was evaluated only immediately. Data were analyzed using three-way repeated-measures ANOVA and Tukey's test ($\alpha = 0.05$). **Results:** Thermocycling significantly reduced μTBS for all adhesives ($p < 0.001$), while the presence of silane had no effect on μTBS ($p = 0.31$). Bonding strategy also influenced μTBS , with the ER approach showing higher values compared with the SE approach ($p < 0.001$). Following thermocycling, NL values did not differ significantly among adhesives in the ER strategy, independent of silane incorporation. Conversely, the SE strategy revealed significant differences, especially between SBU and SUP ($p < 0.00001$). Comparing storage times, NL changed significantly for SUP in the ER mode and for all adhesives in the SE mode ($p < 0.00001$). Regarding DC, the main effects of silane and bonding strategy, as well as their interaction, were not significant ($p > 0.05$). **Conclusion:** Dentin bonding performance of universal adhesives was primarily influenced by bonding strategy and aging, whereas silane incorporation had a limited effect.

Keywords: Dentin-Bonding Agents. Silane. Longevity.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1.	Distribuição dos molares hígidos por variável analisada.....	22
Figura 2.	Sequência do preparo dos espécimes.....	25
Figura 3.	Testes utilizados no estudo.....	30
Figura 4.	Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (1000X) para cada condição experimental.....	35

LISTA DE TABELAS

Tabela 1.	Sistema adesivo utilizado, composição e modo de aplicação	26
Tabela 2.	Tipo de fratura das interfaces resina-dentina obtidas após o teste de resistência de união à microtração em cada condição experimental.....	33
Tabela 3.	Médias e desvios-padrão da resistência de união à microtração (MPa)	33
Tabela 4.	Médias e desvios-padrão da nanoinfiltração (%) obtida em cada condição experimental.....	34
Tabela 5.	Médias e desvios-padrão de grau de conversão (%) obtida em cada condição experimental.....	36

LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

A/M	Fratura adesiva-mista
AC	Estratégia adesiva autoacondicionante
APTES	3-(aminopropil)triethoxysilano
Bis-GMA	Bisfenol glicidil metacrilato
CR	Fratura coesiva em resina
CD	Fratura coesiva em dentina
COEP	Comitê de ética em pesquisa
CL	Estratégia adesiva de condicionamento e lavagem
FP	Fratura prematura
GPDM	Dimetacrilato de glicerofosfato
HEMA	Metacrilato de hidroxietila
LED	Diodo emissor de luz, pela frase em inglês <i>Light Emitting Diode</i>
MDP	10-Metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
NI	Nanoinfiltração
N° ou n	Número
PENTA-P	Dipentaeritritol pentaacrilato
RU	Resistência de união
γMPTES	γ-metacriloxipropiltriethoxysilano
γMPTS	3-metacriloxipropiltrimetoxissilano
4-MET	Ácido 4-metacrilóxiethyl trimelítico

LISTA DE SÍMBOLOS E UNIDADES

#	Número
%	Porcentagem
=	Igual
<	Menor que
>	Maior que
≥	Maior ou igual que
±	Mais ou menos
≈	Aproximadamente
μm	Micrometro
s	Segundo (s)
min	Minuto (s)
MPa	Mega Pascal
mm	Milímetro (s)
mm ²	Milímetro (s) quadrado (s)
mm/min	Milímetro (s) por minuto
mW	MiliWatts
mW/cm ²	MiliWatts por centímetro (s) quadrado
°C	Grau (s) Celsius
n	Número de corpos de prova
N	Newton
X	Número de vezes
rpm	Rotações por minuto
h	Hora (s)
α	Nível de significância
p	Valor de probabilidade

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	12
2	REVISÃO DE LITERATURA.....	15
2.1	ADESÃO EM DENTINA: AVANÇOS E DESAFIOS.....	15
2.2	SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS.....	16
3	OBJETIVOS.....	20
3.1	OBJETIVO GERAL.....	20
3.2	OBJETIVOS ESPECÍFICOS.....	20
4	MATERIAL E MÉTODOS.....	21
4.1	CÁLCULO AMOSTRAL.....	21
4.2	DELINEAMENTO EXPERIMENTAL.....	21
4.3	SELEÇÃO DOS DENTES.....	22
4.4	PREPARO DOS ESPÉCIMENS.....	22
4.5	PROTOCOLO ADESIVO.....	23
4.6	PREPARO DAS RESTAURAÇÕES.....	23
4.7	OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA.....	23
4.8	TERMOCICLAGEM.....	24
4.9	TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROTRAÇÃO.....	27
4.10	TESTE DE RESISTÊNCIA NANOINFILTRAÇÃO.....	27
4.11	ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO.....	28
4.12	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	31
5	RESULTADOS.....	32
5.1	RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO (RU).....	32
5.2	AVALIAÇÃO DA NANOINFILTRAÇÃO (NI).....	34
5.3	AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO.....	36
6	DISCUSSÃO.....	37
7	CONCLUSÃO.....	42
	REFERÊNCIAS.....	43
	ANEXO A – APROVAÇÃO DO PROJETO PELA COMISSÃO DE	
	ÉTICA EM PESQUISA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA	
	GROSSA (COEP / UEPG)	50

1. INTRODUÇÃO

Nas últimas décadas, a composição química dos sistemas adesivos tem sido aprimorada com o objetivo de melhorar a adesão aos tecidos dentais e aumentar a longevidade das interfaces adesivas (Perdigão et al. ¹ 2021). As estratégias adesivas atuais são definidas principalmente pela forma como o material interage com a lama dentinária ou *smear layer*, seguindo os modos de condicionamento e lavagem (CL) ou autocondicionante (AC) (Van Meerbeek et al. ² 2020). Apesar da eficácia comprovada de ambas as estratégias, os clínicos continuam buscando materiais de uso mais simples e menos sensíveis à técnica operatória (Cadenaro et al. ³ 2023). Essa demanda contínua impulsionou o desenvolvimento dos adesivos universais, que podem ser aplicados por diferentes abordagens, incluindo CL, AC ou condicionamento seletivo do esmalte (Nagarkar et al. ⁴ 2019). Além disso, esses sistemas oferecem versatilidade para a adesão a uma ampla variedade de materiais restauradores diretos e indiretos, como resinas compostas, cerâmicas, zircônia e metais (Hanabusa et al. ⁵ 2012; Kim et al. ⁶ 2015; Muñoz et al. ⁷ 2013; Seabra et al. ⁸ 2014).

Uma característica distintiva dos adesivos universais é a presença de monômeros fosfatados funcionais, especialmente o 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato (10-MDP). Esse monômero apresenta dois grupos reativos: um grupo fosfato capaz de formar ligações químicas com o cálcio (Ca) da hidroxiapatita (HAp) (Carrilho et al. ⁹ 2019) e um grupo metacrilato que polimeriza por fotoativação, possibilitando ligações covalentes com resinas compostas ou cimentos. Na adesão à zircônia ou a substratos metálicos, o grupo fosfato interage com grupos hidroxila presentes na superfície desses substratos, contribuindo para a formação de interfaces estáveis e duráveis (Gutierrez et al. ¹⁰ 2020).

Entretanto, o 10-MDP não interage com a superfície de cerâmicas de matriz vítrea. Na tentativa de diminuir essa limitação, alguns adesivos universais incorporam silano na formulação, simplificando os procedimentos clínicos ao eliminar a etapa separada de silanização (Dimitriadi et al. ¹¹ 2018; Melo et al. ¹² 2019). A presença do silano possibilita a interação química com esses tipos de cerâmicas, ampliando a gama de substratos que podem ser efetivamente aderidos (Calixto et al. ¹³ 2024). No entanto, estudos têm relatado que o silano pode perder reatividade quando armazenado em soluções ácidas que contêm água, como nos adesivos universais, afetando negativamente suas propriedades adesivas (Yao et al. ¹⁴ 2018; Yoshihara et al. ¹⁵ 2016).

Nesse contexto, formulações adesivas mais recentes têm sido modificadas com o intuito de melhorar a estabilidade química e a reatividade do silano nos sistemas adesivos. Uma estratégia promissora envolve a combinação de silanos com funções amino e metacriloil, como o 3-aminopropiltrietoxissilano (APTES) e o γ -metacriloiloxipropiltrietoxissilano (γ -MPTES) (Yao et al. ¹⁶ 2021). Essa abordagem de silano duplo tem demonstrado maior durabilidade adesiva a longo prazo em comparação com versões anteriores, sem comprometer as características de molhamento ou a capacidade de condicionamento dos substratos cerâmicos vítreos (Robaian ¹⁷ 2024). Além disso, outras formulações de adesivos universais têm incorporado modificações adicionais tanto no silano quanto na matriz resinosa, visando otimizar a reatividade, a biocompatibilidade e o desempenho adesivo a cerâmicas vítreas e a outros substratos (Tang et al. ¹⁸ 2024; Vasconcelos et al. ¹⁹ 2022).

Apesar desses avanços, o efeito dos adesivos universais contendo silano na adesão à dentina ainda permanece incerto. A dentina é um substrato complexo devido ao seu conteúdo orgânico e à umidade intrínseca, fatores que podem interferir nas interações químicas e micromecânicas na interface adesiva (Alkattan ²⁰ 2023). Por exemplo, Jin *et al.* (2022) indicaram que o silano interage de forma fraca com a rede de colágeno, principalmente por meio de ligações de hidrogênio e forças de van der Waals, promovendo um leve aumento da carga superficial negativa e da hidrofobicidade, sem comprometer o procedimento adesivo. Contudo, quando o silano e o 10-MDP coexistem na mesma formulação, sua presença combinada pode resultar em interferência funcional, levando à formação de uma união dentinária menos estável (Jin et al. ²¹ 2022).

Nesse contexto, a inclusão simultânea de silano e 10-MDP nos adesivos universais pode desencadear reações químicas competitivas ou disruptivas (Ye et al. ²² 2022). Como ambos os componentes apresentam grupos reativos capazes de se ligar a superfícies inorgânicas, interações entre grupos silanol e fosfato podem reduzir a disponibilidade do 10-MDP para se ligar à hidroxiapatita da dentina (Ye et al. ²³ 2022). Essa competição molecular pode dificultar a formação de nanocamadas estáveis de 10-MDP–Ca, comprometer a integridade da camada híbrida e afetar negativamente a estabilidade a longo prazo da interface adesiva (Yuan et al. ²⁴ 2021).

Estudos recentes têm investigado o comportamento adesivo de sistemas adesivos universais recentemente introduzidos (Brkanović et al. ²⁵ 2023; Costa et al. ²⁶ 2024; Jäggi et al. ²⁷ 2024); no entanto, a maioria avaliou esses materiais de forma

individual, e não comparativa. Como resultado, ainda se sabe pouco sobre como as variações na composição adesiva, particularmente a presença ou ausência de silano, podem influenciar o desempenho e a durabilidade da adesão à dentina. Consequentemente, o impacto da incorporação de silano nas formulações de adesivos universais sobre a resistência de união permanece insuficientemente esclarecido.

Assim, o objetivo deste estudo foi avaliar o desempenho adesivo à dentina de adesivos universais com e sem silano, imediatamente e após a termociclagem *in vitro*. A hipótese nula foi de que a presença ou não de silano em adesivos universais não afetaria: (i) a resistência de união por microtração (RU) avaliada imediatamente e após a termociclagem; (ii) a nanoinfiltração (NI) da interface resina–dentina avaliada imediatamente e após a termociclagem; e (iii) o grau de conversão *in situ* (GC) da camada adesiva, avaliado imediatamente.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1 ADESÃO EM DENTINA: AVANÇOS E DESAFIOS

A capacidade de promover a adesão de materiais restauradores à estrutura dental revolucionou a odontologia, porém os adesivos dentários percorreram uma longa trajetória de desenvolvimento para que isso se tornasse possível (Thalacker ²⁸ 2022). No final da década de 1940, Oskar Hagger, desenvolveu o primeiro adesivo dentário, denominado *Sevriton Cavity Seal* (McLean ²⁹ 1999), cuja formulação continha glicerol-fosfato dimetacrilato e se baseava no conceito inovador de ligação química às estruturas dentais (Söderholm ³⁰ 2007). Anos depois, em 1955, Buonocore introduziu o condicionamento ácido do esmalte com ácido fosfórico a 85%, técnica inspirada em processos industriais de tratamento de superfícies, com o objetivo de aumentar a adesão de revestimentos. Essa abordagem promoveu retenção micromecânica e possivelmente modificações químicas na superfície do esmalte, favorecendo sua reatividade com a resina (Buonocore ³¹ 1955).

Entretanto, a obtenção de uma adesão efetiva à dentina mostrou-se consideravelmente mais complexa do que ao esmalte. Em 1965, Bowen desenvolveu um comonômero de superfície ativa a partir da reação entre N-fenilglicina (NPG) e glicidil metacrilato (GMA), originando o composto denominado NPG-GMA, proposto como um potencial agente de união à dentina (Bowen ³² 1965). Na sequência, ao final da década de 1970, foram desenvolvidos novos materiais à base de metacrilato de hidroxietila (HEMA) ou Bis-GMA com o intuito de aprimorar o desempenho desses sistemas iniciais (Kugel e Ferrari ³³ 2000).

Em 1979, Fusayama e colaboradores demonstraram que o tratamento da dentina com ácido fosfórico a 40% por 60 segundos aumentava significativamente a resistência de união entre o dente e o material restaurador (Fusayama et al. ³⁴ 1979). Posteriormente, em 1982, Nakabayashi e colaboradores apresentaram uma descoberta fundamental que consolidou o conceito de condicionamento ácido da dentina, observaram por microscopia eletrônica de varredura a difusão dos monômeros adesivos na dentina intra e intertubular, resultando na formação de uma camada resistente ao ácido sob a interface adesiva (Nakabayashi et al. ³⁵ 1982). O condicionamento ácido promove a remoção parcial dos minerais das camadas superficiais da dentina e expõe a rede de fibrilas colágenas, permitindo a penetração dos monômeros adesivos e a formação, após a fotoativação, de uma zona de dentina

impregnada por resina denominada *smear layer* ou camada híbrida (Saikaew et al. ³⁶ 2022). Essa estrutura é responsável pela retenção micromecânica entre o material restaurador e o tecido dental, além de contribuir para o selamento dentinário e a prevenção da hipersensibilidade (Chowdhury et al. ³⁷ 2019).

A partir dessas descobertas, o desenvolvimento dos sistemas adesivos evoluiu rapidamente. A década de 1990 marcou o surgimento do CL (Breschi et al. ³⁸ 2025). Esses sistemas empregavam o condicionamento total com ácido fosfórico seguido da aplicação sequencial de primer e adesivo, permitindo a formação de uma camada híbrida mais homogênea e resistente (Pashley et al. ³⁹ 2011). Nos anos 2000, o foco das pesquisas voltou-se para a simplificação dos passos operatórios e a redução da sensibilidade técnica, resultando na introdução dos adesivos AC (Van Meerbeek et al. ⁴⁰ 2011). Esses produtos dispensavam o condicionamento ácido separado, incorporando monômeros ácidos capazes de desmineralizar e infiltrar a dentina simultaneamente. Embora tenham apresentado melhor desempenho em dentina úmida, sua capacidade de condicionamento do esmalte era limitada, o que restringia sua aplicação em algumas situações clínicas (Van Meerbeek et al. ² 2020).

Dessa forma, o avanço tecnológico levou à necessidade de uma nova forma de classificação dos sistemas adesivos. Inicialmente organizados em diferentes gerações, uma categorização considerada ambígua e muitas vezes explorada pela indústria odontológica para promover novas formulações, esses materiais passaram a ser agrupados conforme sua interação com a lama dentinária (Breschi et al. ³⁸ 2025). Assim, estabeleceram-se dois grandes grupos: os sistemas de CL e os sistemas AC (Ozer e Blatz ⁴¹ 2013). Essa classificação, mais coerente com o mecanismo de ação dos adesivos, permanece amplamente aceita até os dias atuais.

2.2 SISTEMAS ADESIVOS UNIVERSAIS

Com o avanço das pesquisas em adesão, os adesivos universais emergiram como uma geração versátil e simplificada, capaz de integrar em um único frasco a possibilidade de aplicação tanto na estratégia de CL, AC e condicionamento seletivo do esmalte, o que lhes confere maior versatilidade clínica (Hardan et al. ⁴² 2021). Por serem menos sensíveis à técnica em comparação com os adesivos tradicionais, ou seja, pela possibilidade de serem aplicados em dentina seca ou úmida sem impacto significativo no desempenho clínico e pela capacidade de interagir quimicamente com a hidroxiapatita devido à incorporação de monômeros funcionais, pesquisadores e

clínicos aceitaram o termo “universal” (Perdigão e Swift ⁴³ 2015; Polessio Patias et al. ⁴⁴ 2025).

Os adesivos universais passaram por uma evolução dinâmica em sua composição química, impulsionada pelo amplo espectro de indicações clínicas. Essas formulações incorporam inovações como a adição de monômeros funcionais, entre eles o 10-MDP (Carrilho et al. ⁹ 2019). Quando aplicados sobre dentina não condicionada, esses adesivos favorecem a formação de sais de 10-MDP-Ca, que se organizam em estruturas ordenadas por meio do processo denominado nanocamadas (Ahmed et al. ⁴⁵ 2025), contribuindo para uma interface adesiva mais estável e duradoura. Além do 10-MDP, outros monômeros têm sido incorporados com o objetivo de otimizar a interação química e a resistência da união, como o monofosfato de dipentaeritritol pentaacrilato (PENTA-P), o dimetacrilato de glicerofosfato (GPDM), o ácido 4-metacriloxietil trimelítico (4-MET) e o anidrido 4-metacrililoiloxietil trimelitato (4-META) (Delgado et al. ⁴⁶ 2025).

No caso da adesão a substratos restauradores, como metais ou zircônia, ocorre por meio de uma interação química entre o terminal fosfato hidrofílico do monômero 10-MDP e os óxidos presentes na superfície interna desses materiais restauradores (Wongkamhaeng et al. ⁴⁷ 2025; Llerena-Icochea et al. ⁴⁸ 2017). Por outro lado, a união aos materiais à base de sílica, como as cerâmicas feldspáticas, reforçadas por leucita ou dissilicato de lítio, ocorre predominantemente por meio da reação do silano com a fase vítrea da cerâmica, formando ligações siloxano estáveis (Melo et al. ¹² 2019).

Embora os agentes de união à base de silano convencionais sejam amplamente conhecidos há décadas, a incorporação de silanos em adesivos universais tem despertado crescente interesse e se consolidado como uma área de intensa investigação (Thalacker ²⁸ 2022). Os agentes de acoplamento de silano utilizados na odontologia geralmente contêm trialcóxissilanos, como o 3-metacriloxipropiltrimetoxissilano (γ MPTS), que atua como componente reativo principal (Jin et al. ²¹ 2022). Esses agentes são normalmente diluídos e dissolvidos em etanol e água, com o pH ajustado entre 2 e 6, a fim de promover a hidrólise ou ativação do silano (Matinlinna et al. ⁴⁹ 2018).

Para que o monômero bifuncional de silano seja ativado, é necessário que ele sofra reação com a água, resultando na formação de grupos silanóis capazes de se adsorver e estabelecer ligações químicas com a superfície da cerâmica vítrea condicionada (Lung e Matinlinna ⁵⁰ 2012). No entanto, após a hidrólise, o silano pode

sofrer condensação por desidratação, originando oligômeros que perdem a capacidade de reagir quimicamente com o substrato (Matinlinna e Vallittu ⁵¹ 2007). O processo de hidrólise, essencial para essa ativação, é influenciado por diversos fatores, como a estrutura molecular do silano, sua concentração, o pH, a temperatura, a umidade e o tipo de solvente utilizado (Matinlinna et al. ⁴⁹ 2018).

Dessa forma, a estabilidade do silano torna-se um fator crítico para o desempenho adesivo. Em alguns adesivos universais que contêm água, a presença simultânea do monômero 10-MDP pode interferir na eficácia do silano ao longo do tempo, pois o meio ácido e aquoso dessas formulações favorece a instabilidade do silano, acelerando a condensação por desidratação e reduzindo a disponibilidade dos grupos silanóis ativos para formar ligações químicas efetivas com a cerâmica vítrea (Yao et al. ¹⁴ 2018). Embora essa condição possa gerar uma resistência inicial de união satisfatória, a durabilidade da interface adesiva tende a ser comprometida ao longo do tempo, em virtude da ausência de ligações químicas estáveis. Por esse motivo, do ponto de vista clínico, recomenda-se o uso de um primer de silano separado, garantindo uma adesão mais eficiente em cerâmicas (Yoshihara et al. ¹⁵ 2016).

Diante das limitações relacionadas à instabilidade dos silanos em meios ácidos e aquosos, os adesivos contemporâneos passaram por modificações em sua composição visando aprimorar tanto a estabilidade quanto a eficácia desses agentes de acoplamento. Entre essas inovações, destaca-se a combinação de duas moléculas de silano — o 3-(aminopropil)triétoxissilano (APTES) e o γ -metacriloxipropiltriétoxissilano (γ -MPTES) — em formulações de adesivos universais, o que resultou em desempenho significativamente superior em relação às versões anteriores (Yao et al. ¹⁶ 2021). Essa modificação permitiu alcançar uma adesão duradoura comparável à obtida com primers contendo silano, sem comprometer as propriedades de molhamento e a capacidade de condicionamento das cerâmicas vítreas (Robaian ¹⁷ 2024). Além disso, formulações mais recentes têm incorporado ajustes adicionais na estrutura química do silano, com o objetivo de otimizar sua interação com substratos à base de sílica e ampliar a durabilidade da união adesiva.

Apesar dos avanços observados na modificação dos silanos e na evolução das formulações adesivas, o comportamento dos adesivos universais ainda desperta questionamentos, sobretudo quanto à sua interação com diferentes substratos dentários. Enquanto os ajustes recentes têm demonstrado melhorias na adesão a cerâmicas vítreas, a influência dessas novas composições na adesão à dentina

permanece pouco compreendida (Ye et al. ²² 2022). Estudos indicam que a presença do silano pode interferir na atividade do monômero funcional 10-MDP, alterando a eficiência química e o desempenho global do sistema adesivo. No entanto, as investigações sobre adesivos universais modificados com silano ainda são escassas e conduzidas de forma isolada, sem comparações diretas entre diferentes formulações (Brkanović et al. ²⁵ 2023; Costa et al. ²⁶ 2024; Jäggi et al. ²⁷ 2024).

Assim, o conhecimento sobre os efeitos específicos dessas novas combinações na adesão à dentina permanece limitado. Contudo, ainda não se sabe com precisão de que maneira a presença do silano poderia influenciar a durabilidade da união adesiva, questão que constitui a premissa central desta investigação.

3. OBJETIVOS

3.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar o desempenho de adesivos universais com e sem silano nas propriedades adesivas à dentina.

3.2 OBJETIVOS ESPECIFICOS

Avaliar o efeito dos adesivos universais com e sem silano na resistência de união à dentina, no tempo imediato e após termociclagem por meio de um teste de microtração.

Avaliar o efeito dos adesivos universais com e sem silano na nanoinfiltração, no tempo imediato e após termociclagem por meio de um microscópio eletrônico de varredura.

Avaliar o efeito dos adesivos universais com e sem silano no grau de conversão por meio da espectroscopia de micro-Raman.

4. MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo foi aprovado pela Comissão de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Ponta Grossa, com parecer sob número 7.273.867 (anexo A).

4.1 CÁLCULO AMOSTRAL

Para o cálculo amostral foi utilizada a plataforma <http://www.sealedenvelope.com>. A resistência de união à dentina hígida do Scotchbond Universal foi usada para determinar o tamanho da amostra. Em um estudo anterior que utilizou métodos semelhantes aos do presente estudo, a média e o desvio padrão do Scotchbond Universal na dentina hígida foram de $37,5 \pm 6,64$ Mpa (Rosa et al. ⁵² 2015). Usando um alfa de 0,05, um poder de 80% e para evitar possíveis perdas foi necessária uma amostra de no mínimo 8 dentes por grupo.

4.2 DELINEAMENTO EXPERIMENTAL

O presente estudo foi delineado para avaliação de 3 fatores principais: I) Silano, em 2 níveis: sem silano [(Scotchbond Universal (3M ESPE, St. Paul, EUA) e Ambar Universal APS (FGM, Joinville, Brasil)] e com silano [(Scotchbond Universal Plus (3M ESPE, St. Paul, EUA) e Ambar Universal APS Plus (FGM, Joinville, Brasil)]; II) Estratégia adesiva, em 2 níveis: condicionamento e lavagem (CL) e autocondicionante (AC); III) Tempo, em 2 níveis: imediato (IM) e após termociclagem (TC). Sessenta e quatro molares humanos hígidos foram utilizados e divididos aleatoriamente em 8 grupos experimentais ($n = 8$), de acordo com os fatores I e II (Figura 1). Para o fator tempo, palitos obtidos de um mesmo dente foram testados imediatamente e após envelhecimento por termociclagem. As propriedades avaliadas foram RU e NI, ambas analisadas imediatamente e após envelhecimento por termociclagem (10.000 ciclos). O GC *in situ* na interface resina–dentina foi avaliado apenas no tempo imediato. Embora o fabricante do SBU afirme que o silano está incluído em sua formulação, estudos prévios demonstraram que esse silano perde sua reatividade ao longo do tempo (Yao et al. ¹⁴ 2018; Yoshihara et al. ¹⁵ 2016). Por esse motivo, no presente estudo, o SBU foi considerado um adesivo sem silano funcional.



Figura 1. Distribuição amostral para os molares hígidos em concordância com as variáveis analisadas.

Fonte: O autor

4.3 SELEÇÃO DOS DENTES

Para realização deste estudo, foram selecionados 64 molares hígidos permanentes, que foram obtidos através do Banco de Dentes Humanos da UEPG via documentação específica. Foram incluídos terceiros molares hígidos, excluindo dentes que apresentarem defeitos visíveis a olho nu, como restaurações ou acometimento por cárie. Previamente ao início, os dentes foram limpos manualmente com curetas periodontais e aparelho de ultrassom, e posteriormente armazenados em água destilada a uma temperatura de 37°C.

4.4 PREPARO DOS ESPÉCIMES

Os dentes selecionados foram desgastados 3mm ($\pm$ 1mm) até exposição da dentina intermediária, com auxílio de uma máquina de corte de gesso (VH Softline, Kohlbach), sob refrigeração constante até a completa remoção do esmalte oclusal. Em seguida, foi removido o esmalte lateral com uma ponta diamantada n°4137 (KG

Sorensen, Barueri, SP, Brazil) em alta rotação. Para confirmação da remoção completa do esmalte, foi realizada microscopia com uma ampliação de 10 x (Lambda LEB-3, ATTO instrumentos, Hong Kong, China). Logo após, as superfícies de dentina foram lixadas com lixas de granulação #600 (3M, St. Paul, MN, Estados Unidos) em uma politriz por 1 min sob refrigeração, eliminando quaisquer remanescentes de esmalte e padronizando a camada de *smear layer* em todos os grupos (Figura 2a – 2e).

4.5 PROTOCOLO ADESIVO

Todos os adesivos universais foram aplicados de acordo com as recomendações dos fabricantes. Para a técnica CL, a superfície dentinária foi condicionada com ácido fosfórico por 15 segundos, seguida de lavagem com água por 15 segundos e secagem suave, de modo a manter a superfície levemente úmida. Em seguida, o adesivo foi aplicado sobre a dentina condicionada utilizando o mesmo protocolo empregado na técnica AC. Para a técnica AC, o adesivo foi aplicado diretamente sobre a dentina, sem condicionamento prévio com ácido fosfórico. Essa etapa foi realizada por um único operador. Os materiais utilizados, bem como suas composições químicas e técnicas de aplicação encontram-se na Tabela 1 e ilustrados na Figura 2f – 2l.

4.6 PREPARO DAS RESTAURAÇÕES

Após a conclusão do procedimento adesivo, os dentes foram restaurados com resina composta (cor A3.5; Opallis, FGM Dental Group, Joinville, SC, Brasil) (Figura 2m – 2n), inserida incrementalmente em três camadas de 2 mm de espessura, sendo cada incremento fotoativado por 40 segundos, utilizando uma unidade de fotopolimerização LED com irradiância de 1.400 mW/cm² (Valo, modo High Power, Ultradent, South Jordan, UT, EUA). Os espécimes preparados foram armazenados em água destilada por 24 horas a 37°C.

4.7 OBTENÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Os espécimes foram fixados em um dispositivo para máquina de corte Isomet (Isomet, Buehler, LakeBluff, IL, EUA) e cortados com um disco diamantado sob refrigeração constante a 300 rpm (Isomet, Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) nos sentidos méso-distal e vestibulo-lingual formando “palitos” de resina e dentina com uma área de aproximadamente 0,8 mm². Cada palito foi avaliado em microscopia óptica com

um aumento de 40x, no intuito de verificar a interface adesiva perpendicular ao longo eixo dos palitos (Figura 2o – 2r). Estes palitos foram divididos para 3 diferentes testes: resistência de união (maioria dos palitos obtidos para cada grupo experimental), nanoinfiltração (3 palitos por dente em cada grupo experimental) e grau de conversão (3 palitos por dente em cada grupo experimental).

4.8 TERMOCICLAGEM

Os corpos de prova não utilizados nos testes imediatos, passaram pelo processo de termociclagem. Os palitos foram então armazenados em cassetes de plástico, e levados a termocicladora OMC (300TS, Odeme Dental Research, Joaçaba, SC, Brazil) por 10000 ciclos de 30 segundos em cubas de 5 °C até 55 °C (Zhang et al. ⁵³ 2014). Após os ciclos, os corpos de prova foram submetidos aos testes de microtração e nanoinfiltração.



Figura 2. Sequência do preparo dos espécimes.

Fonte: O autor.

Tabela 1. Sistema adesivo, composição e modo de aplicação dos sistemas adesivos utilizados, de acordo com as instruções dos fabricantes.

Sistema adesivo (Fabricante e lote)	pH	Composição	Modo de aplicação	
			AC	CL
Scotchbond Universal (Solventum, MN, St. Paul, EUA, #2417600159)	2.7	10-MDP, resinas dimetacriladas, Bis-GMA, HEMA, copolímero de ácido polialcenóico, carga, etanol, água, canforoquinona, silano	1. Aplicar o adesivo em toda a superfície com microbrush, friccionando ativamente por 20 s. 2. Secar suavemente com jato de ar por ~5 s até evaporação do solvente. 3. Fotoativar por 10 s a 1400 mW/cm ² .	1. Aplicar ácido fosfórico por 15 s. 2. Lavar abundantemente e secar com ar isento de água/óleo ou algodão, sem desidratar excessivamente (15 s). 3. Aplicar o adesivo conforme o modo AC.
Scotchbond Universal Plus (Solventum, MN, St. Paul, EUA, #9020296)	2.7	10-MDP, resinas dimetacriladas, HEMA, copolímero de ácido polialcenóico, carga, etanol, água, canforoquinona, silano		
Ambar Universal APS (FGM Dental Group, Joinville, SC, Brasil, #181124)	2.6-3.0	10-MDP, monômeros metacrilatos, sistema avançado de polimerização (APS), canforoquinona, coiniciadores, estabilizador, nanopartículas de sílica e etanol	1. Aplicar o adesivo com microbrush, friccionando por 10 s. 2. Aplicar segunda camada por 10 s. 3. Secar suavemente por ~10 s até evaporação do solvente. 4. Fotoativar por 10 s a 1400 mW/cm ² .	1. Aplicar ácido fosfórico por 15 s. 2. Lavar por 15 s. 3. Secar com jato de ar por 5 s. 4. Aplicar o adesivo conforme o modo AC.
Ambar Universal APS Plus (FGM Dental Group, Joinville, SC, Brasil, #30435)	2.6-3.0	10-MDP, monômeros metacrilatos, sistema APS, canforoquinona, estabilizador, nanopartículas de sílica, etanol e silano estabilizado		

Abreviações: MDP: metacriloxidocecil dihidrogeno fosfato; HEMA: 2-hidroxietyl metacrilato; UDMA: uretrano metacrilato; Bis-GMA: bisfenol A-glicidil metacrilato, TEGDMA: dimetacrilato de trietilenglicol.

4.9 TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROTRAÇÃO (RU)

As áreas de secção transversal (mm^2) da interface adesiva dos “palitos” foram então mensuradas com um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo, Kanagawa, Tóquio, Japão) onde esses dados foram inseridos no programa de automatização da máquina de ensaios universais (Instron 3343; Instron Norwood, Mass, EUA). Em seguida os “palitos” foram acoplados individualmente em garras tipo Geraldeli (Odeme Biotechnology, Joaçaba, Santa Catarina, Brasil), com cola a base de cianocrilato em gel (IC-Gel, bSi Inc., California, USA) visando desta maneira posicionar a interface adesiva perpendicular ao longo eixo de tração. O dispositivo foi acoplado a máquina de ensaios universais e tracionados até a falha sob velocidade de 1mm/min com uma célula de carga de 10 N (Armstrong et al. ⁵⁴ 2017) (Figura 3a – 3c).

Os dados foram obtidos com o auxílio do programa de automatização da máquina Instron, que expressam os mesmos em Newton (N) e MegaPascal (MPa). Após teste de microtração, os palitos passaram por uma inspeção através de um microscópio com 100x de magnificação (Olympus SZ40, Shinjuku-ku, Tóquio, Japão) para classificação do tipo de falha: adesiva/mista (A/M), coesiva em resina (CR), coesiva em dentina (CD) e falha prematura (FP).

4.10 TESTE DE NANOINFILTRAÇÃO (NI)

Três palitos de cada grupo que não foram utilizados para o teste de microtração foram selecionados aleatoriamente para análise da NI. Os palitos foram submersos em uma solução de nitrato de prata amoniacal 50% ($\text{pH}=7,0$) em um recipiente escuro por 24 horas. Em seguida os palitos foram lavados com água destilada abundantemente e na sequência foram submersos em uma solução reveladora (Rochester, Nova Iorque, EUA) durante 8 horas na presença de uma fonte de luz fluorescente para que houvesse a redução dos íons de prata ao longo das microporosidades na interface de união (Figura 2d, 2e).

Depois de revelados, os “palitos” foram novamente enxaguados com água destilada e fixados em stubs de alumínio. Um polimento foi realizado com uso de lixas de água em granulações de #1000, #1200, #1500, #2000, #2500 e #4000 (3M, St. Paul, MN, Estados Unidos) sob irrigação constante com água seguido de polimento final com discos de feltro com pasta diamantada (Diamond Excel, FGM, Joinville,

Brasil). Após o polimento, foi realizada a limpeza em cuba ultrassônica durante 20 minutos seguida por secagem com jato de ar. Após remoção do excesso de água, as amostras foram dessecadas com sílica coloidal por 24 horas e após esse período, metalizadas com ouro (MED 010, Balzers Union, Balzers, Liechtenstein) e levadas ao microscópio eletrônico de varredura (MEV) (VEGA 3 TESCAN, Shimadzu, Tóquio, Japão) onde 3 fotomicrografias foram obtidas com aumento de 1200x da interface de união de cada palito e a porcentagem de NI presente na camada híbrida foi quantificada através de um software (Image J, National Institutes of Health, Wiconsin, Estados Unidos), realizados por um avaliador que desconhecia o grupo experimental de cada imagem (Figura 3f – 3i).

4.11 ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO (GC)

Três palitos de cada dente para cada grupo experimental, que não foram utilizados nos testes anteriores, foram selecionados aleatoriamente para análise do grau de conversão. Os palitos selecionados foram submetidos a um polimento com lixas de granulação de #1500 e #2000 (3M, St. Paul, Minnessota, Estados Unidos) por um período de 30 segundos sob irrigação constante de água. Logo após foram lavados em cuba ultrassônica por 30 minutos e armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Para análise do GC, os corpos de prova foram levados ao espectrômetro de Raman (HORIBA Scientific, Nova York, Estados Unidos), que foi calibrado a zero e uma amostra de silicone foi usada para os valores coeficientes. Os espécimes foram avaliados sob os seguintes parâmetros: laser de Neônio com 532 nm de comprimento de onda a 20 mW de potência, resolução espacial de $\approx 3 \mu\text{m}$, resolução espectral de $\approx 5\text{cm}^{-1}$ com 30 segundos de tempo de acumulação e 5 co-adições em magnificação de 100x (Olympus UK, Londres, Reino Unido) para um laser de $\approx 1 \mu\text{m}$ de diâmetro. Os espectros foram obtidos da interface adesiva de sítios na região da camada híbrida e uma imagem digital de cada sítio foi obtida (Figura 3j – 3n).

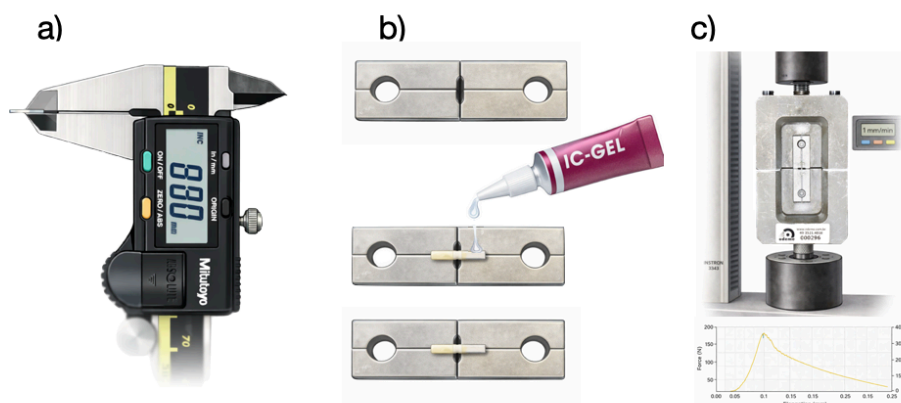
Para comparação do GC, espectros de adesivos não polimerizados foram utilizados como referência. Com os espectros obtidos, os dados foram processados com uso do software Opus Spectroscopy Software Version 6.5 (BrunkOpticGmbH, Ettlingen, BadenWürttemberg, Alemanha) para determinação dos valores da área

integra dos picos registrados (Hass et al. ⁵⁵ 2019). O grau de conversão foi calculado de acordo com a seguinte fórmula:

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

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

TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO POR MICROTRAÇÃO (RU)



TESTE DE NANOINFILTRAÇÃO (NI)



ANÁLISE DO GRAU DE CONVERSÃO (GC)

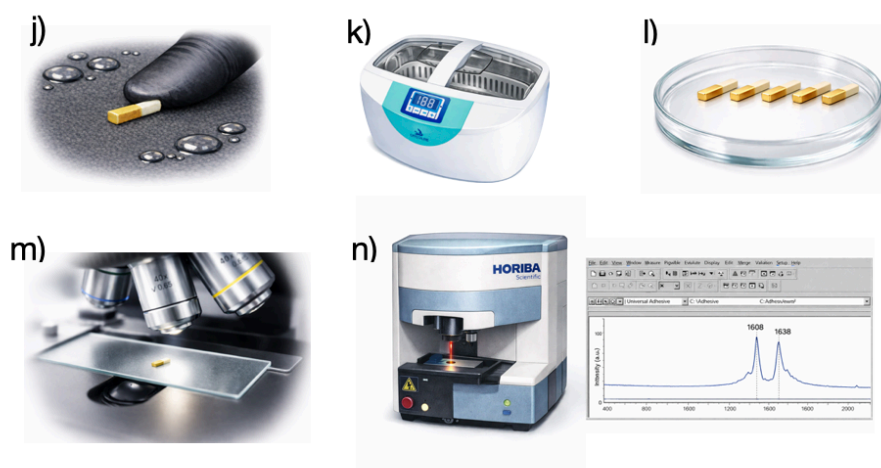


Figura 3. Testes utilizados no estudo.

Fonte: O autor.

4.12 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os valores médios de RU (MPa) e de NI (%) dos corpos de prova resina–dentina obtidos a partir do mesmo dente em cada tempo de armazenamento (imediate e após termociclagem) foram calculados para fins estatísticos; assim, a unidade experimental foi o hemi-dente. Os espécimes que apresentaram falha prematura foram excluídos do cálculo da média por dente na análise estatística.

Inicialmente, os dados foram analisados por meio do teste de Kolmogorov–Smirnov para avaliação da normalidade e do teste de Bartlett para verificação da homogeneidade das variâncias (dados não apresentados). Como os dados apresentaram distribuição normal, os valores de RU (MPa) e de NI (%) foram submetidos à análise de variância (ANOVA) de três fatores com medidas repetidas (fatores: silano, estratégia adesiva e tempo de armazenamento), considerando o hemi-dente como medida repetida. O teste de Tukey foi aplicado para as comparações pós-hoc.

Os dados de grau de conversão (GC, %) também foram analisados após a confirmação da normalidade da distribuição e da homogeneidade das variâncias. Os valores de GC foram submetidos à análise de variância a dois fatores (fatores: silano e estratégia adesiva), seguida do teste post hoc de Tukey.

Todas as análises foram realizadas com nível de significância de 5%. A distribuição dos modos de falha foi avaliada estatisticamente por meio do teste do qui-quadrado (χ^2) ($\alpha = 0,05$) (Jamovi Statistical Software, versão 2.3).

5. RESULTADOS

5.1 RESISTÊNCIA DE UNIÃO À MICROTRAÇÃO (RU)

A porcentagem de falhas prematuras e a distribuição dos padrões de fratura estão apresentadas na Tabela 2. O modo de falha mais frequente foi o adesivo ou adesivo/misto (92,04% de todos os espécimes), seguido por falhas coesivas em resina (3,32%), falhas prematuras (3,32%) e falhas coesivas em dentina (1,31%). Quando submetidos à análise estatística, todos os grupos apresentaram resultados semelhantes em relação ao modo de falha ($p > 0,05$).

Os resultados da ANOVA de três fatores com medidas repetidas demonstraram que apenas uma interação entre dois fatores (estratégia adesiva vs tempo de armazenamento) foi significativa (Tabela 3, $p = 0,00001$), assim como os efeitos principais “tempo de armazenamento” e “estratégia adesiva” ($p = 0,000001$ e $p = 0,001$, respectivamente). Ressalta-se ainda que o efeito principal “silano” não foi significativo ($p = 0,31$).

Tanto na avaliação imediata quanto após a termociclagem, não foram observadas diferenças significativas nos valores de RU entre os adesivos avaliados, independentemente da presença de silano (Tabela 3, $p = 0,31$). Entretanto, no tempo imediato, a estratégia CL apresentou valores de RU significativamente superiores aos da abordagem AC (Tabela 3, $p < 0,001$). Após termociclagem, a estratégia CL resultou em valores de RU significativamente maiores apenas para os adesivos sem silano (SBU e AUA), quando comparada ao modo AC (Tabela 3, $p < 0,001$).

Tabela 2. Porcentagens (%) dos tipos de fratura das interfaces resina-dentina obtidas após o teste de resistência de união à microtração em cada condição experimental.

Sistema adesivo	Tempo	AC				CL			
		A/M	CR	CD	FP	A/M	CR	CD	FP
Scotchbond Universal	IM	59 (92%)	4 (6%)	1 (2%)	0 (0%)	57 (89%)	6 (9%)	1 (2%)	0 (0%)
	TC	55 (95%)	0 (0%)	0 (0%)	3 (5%)	53 (85%)	4 (6%)	2 (3%)	3 (5%)
Scotchbond Universal Plus	IM	58 (91%)	4 (6%)	2 (3%)	0 (0%)	58 (91%)	2 (3%)	4 (6%)	0 (0%)
	TC	55 (96%)	0 (0%)	0 (0%)	2 (4%)	56 (98%)	0 (0%)	0 (0%)	1 (2%)
Ambar Universal APS	IM	60 (94%)	0 (0%)	0 (0%)	4 (6%)	56 (88%)	3 (5%)	1 (2%)	4 (6%)
	TC	64 (100%)	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)	58 (91%)	2 (3%)	0 (0%)	4 (6%)
Ambar Universal APS Plus	IM	55 (86%)	2 (3%)	2 (3%)	5 (8%)	56 (88%)	4 (6%)	0 (0%)	4 (6%)
	TC	61 (97%)	0 (0%)	0 (0%)	2 (3%)	53 (95%)	2 (4%)	0 (0%)	1 (2%)

Abreviações: IM: imediato, TC: termociclado, A/M: adesiva/mista, CR: coesiva em resina, CD: coesiva em dentina, FP: falha prematura.

Tabela 3. Médias e desvios-padrão da resistência de união à microtração (MPa) obtida em cada condição experimental.

Sistema adesivo	AC		CL	
	IM	TC	IM	TC
Scotchbond Universal	45.28 (4.3) B	39.47 (4.4) C	49.00 (3.7) A	46.27 (4.3) B
Scotchbond Universal Plus	44.95 (7.2) B	42.31 (3.0) BC	49.54 (3.6) A	43.02 (3.5) B
Ambar Universal APS	44.53 (2.1) B	37.39 (2.6) C	50.24 (4.2) A	44.16 (2.6) B
Ambar Universal APS Plus	43.12 (2.7) B	40.63 (3.2) BC	48.18 (3.7) A	43.28 (3.9) B

(*) Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA de três fatores; teste de Tukey; $p < 0,05$).

5.2 AVALIAÇÃO DA NANOINFILTRAÇÃO (NI)

Os resultados da ANOVA de três fatores com medidas repetidas demonstraram que a interação entre os três fatores foi significativa (Tabela 4, $p = 0,000001$), assim como os efeitos principais “silano”, “estratégia adesiva” e “tempo de armazenamento” (Fig. 7; $p < 0,00001$).

No tempo imediato, não foram observadas diferenças significativas nos valores de NI entre os adesivos avaliados, independentemente da presença de silano na estratégia CL. Entretanto, diferenças significativas nos valores de NI foram identificadas quando o modo AC foi analisado, particularmente entre SBU e SUP (Tabela 4, $p < 0,00001$).

Após a termociclagem, não foram detectadas diferenças significativas nos valores de NI entre os adesivos, independentemente da presença de silano na estratégia CL. Em contrapartida, diferenças significativas nos valores de NI foram observadas no modo AC, com destaque para a comparação entre SBU e SUP (Tabela 4, $p < 0,00001$). Ao comparar os dois tempos de armazenamento, observaram-se diferenças significativas para o SUP na abordagem CL e para todos os grupos no modo AC (Tabela 4, $p < 0,00001$).

Tabela 4. Médias e desvios-padrão da nanoinfiltração (%) obtida em cada condição experimental.

Sistema adesivo	AC		CL	
	IM	TC	IM	TC
Scotchbond Universal	5.81 (1.8) C	7.13 (1.1) D	4.58 (1.4) B	5.35 (1.9) BC
Scotchbond Universal Plus	2.89 (1.2) A	5.17 (1.5) BC	4.16 (1.9) B	5.75 (1.1) C
Ambar Universal APS	4.06 (1.9) B	6.88 (1.8) CD	5.74 (1.7) C	6.50 (1.6) CD
Ambar Universal APS Plus	3.61 (1.5) AB	6.51 (1.4) CD	5.01 (1.6) BC	6.60 (1.8) CD

(*) Letras diferentes indicam diferenças estatisticamente significativas entre os grupos (ANOVA de três fatores; teste de Tukey; $p < 0,05$).

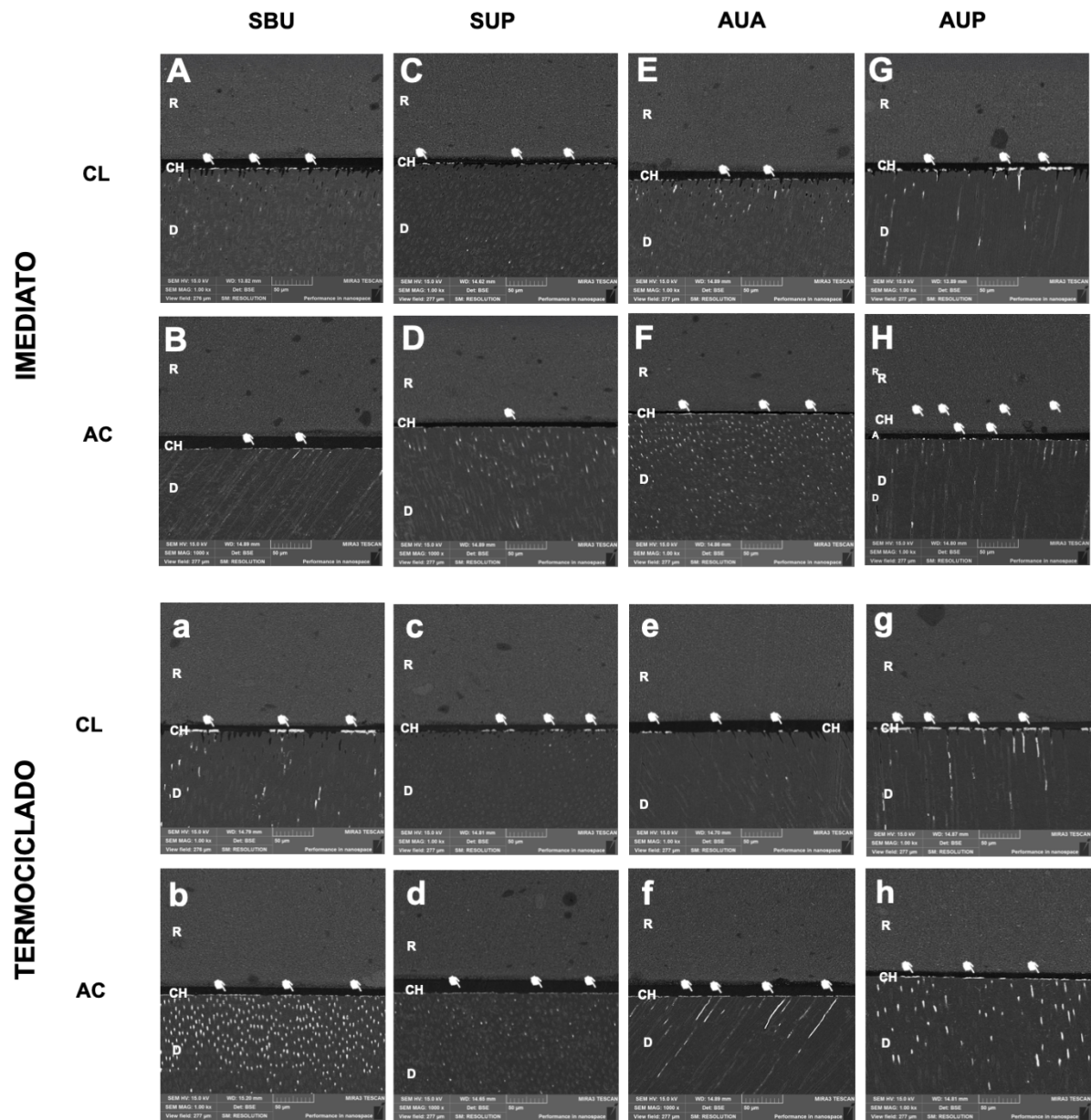


Figura 4: Fotomicrografias representativas das imagens obtidas por MEV (1000X) para cada adesivo.

Fonte: O autor.

Abreviações: R, resina; CH, camada hibrida; D, dentina.

5.3 AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO (GC)

A ANOVA a dois fatores demonstrou que os efeitos principais do silano e da estratégia adesiva, bem como a interação entre esses fatores, não foram significativos (Tabela 5; $p = 0,226$; $p = 0,905$ e $p = 0,411$, respectivamente). Para todas as comparações, não foram observadas diferenças significativas nos valores de grau de conversão entre os adesivos universais avaliados, independentemente da incorporação de silano ou da estratégia adesiva utilizada (Tabela 5; $p > 0,05$).

Table 5. Médias e desvios-padrão de grau de conversão (%) obtida em cada condição experimental.

Sistema adesivo	AC	CL
Scotchbond Universal	62,28 (0,45) A	62,01 (1,08) A
Scotchbond Universal Plus	59,96 (1,16) A	59,69 (3,60) A
Ambar Universal APS	61,45 (0,85) A	59,75 (2,69) A
Ambar Universal APS Plus	59,24 (2,81) A	61,21 (3,84) A

6. DISCUSSÃO

Os adesivos universais têm sido amplamente adotados com o objetivo de simplificar os procedimentos clínicos, ao combinar diferentes estratégias de adesão e componentes funcionais em uma única formulação (Delgado et al. ⁴⁶ 2025; Amran et al. ⁵⁶ 2025). Entre esses componentes, a incorporação de silano tem sido proposta como uma vantagem potencial, particularmente para a adesão a substratos cerâmicos à base de sílica (Koko et al. ⁵⁷ 2020). No entanto, sua inclusão nas formulações de adesivos universais levanta questionamentos quanto à sua possível influência no desempenho de adesão à dentina, não porque se espere que o silano estabeleça ligações químicas com a dentina, mas em razão das complexas interações que pode estabelecer no interior da formulação adesiva, incluindo possíveis interações com monômeros funcionais, como o 10-MDP, e com os substratos dentinários (Jin et al. ²¹ 2022; Yuan et al. ²⁴ 2021). Nesse contexto, os achados do presente estudo demonstraram que a estratégia adesiva e o envelhecimento foram os principais determinantes do desempenho de adesão à dentina, enquanto o silano desempenhou um papel secundário, principalmente relacionado à NI, e não à RU. Em conjunto, esses resultados contribuem para a compreensão de como diferentes fatores influenciam a durabilidade e a integridade da interface resina–dentina.

Em relação à RU, a incorporação de silano não influenciou significativamente, tanto imediatamente quanto após a termociclagem (Tabela 3). Sob essa perspectiva, embora o silano possa interagir com as fibras colágenas e potencialmente interferir na formação de sais de cálcio do 10-MDP em nível molecular (Yuan et al. ²⁴ 2021), a RU reflete principalmente a qualidade da interface resina–dentina e sua capacidade de transferir e distribuir de forma eficaz as tensões de tração ao longo da camada híbrida, sendo dependente, sobretudo, de fatores como o condicionamento da superfície dentinária, a infiltração da resina e a morfologia interfacial (Armstrong et al. ⁵⁴ 2017; Sano et al. ⁵⁸ 2020). Assim, é razoável supor que interações físico-químicas mais sutis associadas à incorporação de silano possam permanecer abaixo do limiar de sensibilidade do ensaio de RU e, portanto, não se traduzam em diferenças mensuráveis.

Além disso, o uso de adesivos universais disponíveis comercialmente, em vez de formulações experimentais, pode ter atenuado potenciais interações negativas associadas à incorporação de silano, particularmente devido à presença de monômeros

funcionais bem estabelecidos, como o 10-MDP, e de sistemas de silano estabilizados. Nos sistemas adesivos avaliados, o 10-MDP desempenha um papel central na adesão à dentina ao formar interações iônicas estáveis com o cálcio da hidroxiapatita, contribuindo diretamente para a integridade mecânica e a durabilidade da interface (Ahmed et al. ⁴⁵ 2025; Hidari et al. ⁵⁹ 2020).

Nas formulações contendo silano, como o SUP, foram utilizados o APTES e o γ -MPTES como componentes de silano. Essa abordagem com duplo silano tem sido relatada como capaz de preservar as características de molhabilidade das soluções de adesivos universais, conforme evidenciado pela manutenção dos valores de ângulo de contato (Robaian ¹⁷ 2024). É importante destacar que estudos previamente mencionados que relataram efeitos negativos do silano na resistência de união à dentina avaliaram, principalmente, formulações adesivas experimentais contendo um único monômero de silano, como o γ -metacriloxipropiltrimetoxissilano (γ MPTS), o qual é mais suscetível à interferência química com monômeros funcionais, como o 10-MDP (Jin et al. ²¹ 2022; Yuan et al. ²⁴ 2021). Assim, com base nos resultados do presente estudo, a hipótese nula (i) não foi rejeitada.

Embora o silano não tenha influenciado a RU, a estratégia adesiva afetou significativamente os resultados. O modo CL resultou em valores de RU mais elevados do que AC, particularmente na avaliação imediata. Essa superioridade da estratégia CL pode ser atribuída à remoção completa da *smear layer*, o que favorece uma infiltração mais profunda da resina e a formação de uma camada híbrida mais espessa e homogênea (Breschi et al. ³⁸ 2025; Stape et al. ⁶⁰ 2022). Em contraste, o modo AC promove a dissolução parcial e a incorporação da *smear layer*, resultando em uma desmineralização mais superficial e em uma potencialmente menor penetração da resina, o que pode comprometer a integridade mecânica da interface resina–dentina (Van Meerbeek et al. ⁴⁰ 2011; Giannini et al. ⁶¹ 2015). Assim, as diferenças no condicionamento da superfície dentinária desempenham um papel crítico na eficácia inicial da adesão dos adesivos universais.

Para além do desempenho imediato, a termociclagem reduziu significativamente a RU para todos os adesivos, evidenciando o efeito deletério do envelhecimento sobre a adesão à dentina. O envelhecimento térmico cíclico induz tensões repetidas de expansão e contração e acelera a difusão de água para a camada híbrida, levando à degradação hidrolítica tanto dos componentes resinosos quanto das fibras colágenas

expostas (Malysa et al. ⁶² 2022; Nikaido et al. ⁶³ 2002). Do ponto de vista químico, essa degradação pode estar associada à presença de monômeros à base de metacrilato contendo ligações éster e grupos funcionais hidrofílicos, como o HEMA e outros monômeros diluentes de baixa massa molecular, os quais são particularmente suscetíveis à sorção de água e à hidrólise sob estresse térmico; entretanto, o comportamento global de envelhecimento parece ser dependente da formulação, e não determinado exclusivamente pela presença ou ausência de HEMA (Wendlinger et al. ⁶⁴ 2023). Nesse contexto, mesmo monômeros mais hidrofóbicos podem sofrer degradação hidrolítica ao longo do tempo em razão da clivagem de ligações éster na rede polimérica (Szczesio-Wlodarczyk et al. ⁶⁵ 2022).

Adicionalmente, o efeito do envelhecimento foi dependente da estratégia adesiva, conforme demonstrado pela interação significativa entre o tempo de armazenamento e a estratégia adesiva. Após a termociclagem, o modo CL manteve valores de RU mais elevados do que AC para os adesivos sem silano, indicando maior resistência à degradação ao longo do tempo e ressaltando a importância de um condicionamento dentinário eficaz para a durabilidade da união.

Embora esses resultados estejam de acordo com estudos que demonstram melhor desempenho da estratégia CL em comparação à AC (Ahmed et al. ⁶⁶ 2025; Kimyai et al. ⁶⁷ 2023; Wendlinger et al. ⁶⁸ 2023), tal superioridade não é unânime na literatura. De fato, outros estudos observaram desempenhos semelhantes entre as duas abordagens (Cruz et al. ⁶⁹ 2019; Masarwa et al. ⁷⁰ 2016; Yamauchi et al. ⁷¹ 2019) ou até resultados favoráveis à estratégia AC (Cardoso et al. ⁷² 2019; Chen et al. ⁷³ 2022), inclusive após protocolos de envelhecimento. Essas divergências podem ser atribuídas, em grande parte, a diferenças metodológicas entre os estudos, incluindo variações no substrato dentinário, nos protocolos de envelhecimento, e na composição e condições de aplicação dos adesivos (Erhardt et al. ⁷⁴ 2014; Hardan et al. ⁷⁵ 2022; Muñoz et al. ⁷⁶ 2015; Siqueira et al. ⁷⁷ 2023; Teixeira et al. ⁷⁸ 2021).

Para elucidar de forma mais aprofundada o comportamento interfacial, foi realizada a análise de NI, a qual mostrou um desfecho mais sensível do que RU. Observou-se uma interação significativa de três fatores entre a incorporação de silano, a estratégia adesiva e o tempo de armazenamento, indicando que a permeabilidade interfacial foi fortemente influenciada pelos efeitos combinados desses fatores (Tabela 4). Assim, com base nos resultados do presente estudo, a hipótese nula (ii) foi rejeitada.

Quando esses efeitos de interação foram analisados mais detalhadamente de acordo com a estratégia adesiva, o uso de CL resultou em valores de NI semelhantes entre os adesivos, independentemente da incorporação de silano, tanto na avaliação imediata quanto após a termociclagem. Esse achado sugere que o condicionamento ácido controlado promove uma interface resina–dentina mais uniformemente selada, a qual é menos suscetível a diferenças dependentes da formulação (Breschi et al.³⁸ 2025; Stape et al.⁶⁰ 2022).

Em contraste, quando o modo AC foi utilizado, foram detectadas diferenças significativas de NI entre os adesivos, particularmente entre as formulações contendo silano e livres de silano, para o SUP e o SUB, respectivamente. Essas diferenças foram observadas após a termociclagem, indicando que o envelhecimento exacerbou o comportamento da NI na estratégia AC. Como a NI reflete as vias de difusão de água e a integridade da interface resina–dentina, ela se torna altamente sensível à estratégia adesiva, ao envelhecimento e a alterações sutis na composição dos adesivos (Gutiérrez et al.⁷⁹ 2019; Ismail et al.⁸⁰ 2024; Kaczor et al.⁸¹ 2018). Esses achados reforçam a necessidade de uma análise específica das formulações para melhor compreender os fatores associados às diferenças observadas na NI.

A influência do silano sobre a NI também pareceu ser dependente do adesivo. No SUP, que incorpora um sistema de duplo silano (APTES e γ -MPTES), foram observados valores mais baixos de NI no modo AC, possivelmente relacionados à maior estabilidade desse sistema de duplo silano e à sua compatibilidade com a formulação, juntamente com refinamentos adicionais na composição do adesivo. Em contraste, não foram detectadas diferenças entre AUA e AUP, apesar da incorporação de silano neste último. Considerando que a natureza química do silano utilizado nesse sistema não é divulgada pelo fabricante, não é possível estabelecer uma explicação mecanística para esse comportamento. Ainda assim, a ausência de diferenças entre esses adesivos indica que a incorporação de silano não foi nem prejudicial nem benéfica para a NI. Em conjunto, esses achados reforçam que os efeitos do silano em adesivos universais são altamente dependentes da formulação e não podem ser generalizados entre diferentes sistemas adesivos.

Além da RU e da NI, o GC não foi significativamente afetado pela incorporação de silano nem pela estratégia adesiva (Tabela 5). Os adesivos universais normalmente exibem valores de GC variando aproximadamente entre 45% e 80% (Wendlinger et al.

⁶⁸ 2023; Nonato et al. ⁸² 2022; Tichy et al. ⁸³ 2020), dependendo de sua composição e das condições de fotocurado, faixa na qual se enquadram os valores observados no presente estudo. Esse achado é clinicamente relevante, pois indica que as diferenças observadas na RU e NI não podem ser atribuídas a variações na eficiência de polimerização ou à polimerização incompleta da camada adesiva. Além disso, a ausência de diferenças no GC pode ser explicada pelos sistemas fotoiniciadores semelhantes e pelo protocolo de fotoativação utilizado para todos os adesivos, bem como pela influência limitada da estratégia adesiva na cinética de polimerização após a fotoativação (Hass et al. ⁵⁵ 2019). De modo semelhante, a incorporação de silano não comprometeu o GC, sugerindo que sua presença não interferiu na polimerização por radicais livres no interior da matriz adesiva. Assim, com base nos resultados do presente estudo, a hipótese nula (iii) não foi rejeitada.

Os resultados do presente estudo indicam que a incorporação de silano em adesivos universais não desempenha um papel decisivo na RU ou no GC e, portanto, não deve ser considerada prejudicial ao desempenho mecânico da interface adesiva, especialmente em formulações contendo um sistema de duplo silano. Em contraste, a estratégia adesiva mostrou-se um fator determinante da durabilidade da união à dentina, uma vez que o modo CL resultou em valores mais elevados de RU imediata e em maior estabilidade da NI após o envelhecimento. Assim, o modo de aplicação parece exercer maior impacto nos resultados de adesão à dentina do que a própria formulação do adesivo (Wendlinger et al. ⁶⁸ 2023; Fuentes et al. ⁸⁴ 2023; Josic et al. ⁸⁵ 2021).

Por fim, algumas limitações do presente estudo devem ser reconhecidas. O uso de adesivos universais disponíveis comercialmente, com composições heterogêneas e, em alguns casos, não divulgadas, impossibilita o isolamento dos efeitos de componentes individuais, como o silano, sobre o desempenho de adesão à dentina. Embora a avaliação combinada da RU, da NI e do GC tenha permitido uma análise laboratorial abrangente da interface de união, a relevância clínica desses achados deve ser interpretada com cautela. Dessa forma, futuros ensaios clínicos randomizados, bem delineados, são necessários para elucidar as implicações em longo prazo dos efeitos dependentes da formulação e para determinar seu impacto no desempenho clínico dos adesivos universais.

7. CONCLUSÃO

A incorporação de silano em adesivos universais não afetou a RU nem o GC, tanto imediatamente quanto após a termociclagem. Em contraste, a estratégia adesiva e o envelhecimento foram os principais fatores que influenciaram o desempenho de adesão à dentina. CL proporcionou maior RU imediata e maior estabilidade interfacial quando comparada à AC. A análise de NI revelou que a influência do silano foi dependente da estratégia e da formulação, afetando a permeabilidade interfacial principalmente na estratégia AC. De modo geral, a estratégia adesiva exerceu maior impacto nos resultados de adesão à dentina do que a incorporação de silano.

REFERÊNCIAS

1. Perdigão J, Araujo E, Ramos RQ, Gomes G, Pizzolotto L. Adhesive dentistry: Current concepts and clinical considerations. *J Esthet Restor Dent*. 2021; Jan;33(1):51-68.
2. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent*. 2020;22(1):7-34.
3. Cadenaro M, Josic U, Maravić T, Mazzitelli C, Marchesi G, Mancuso E, et al. Progress in Dental Adhesive Materials. *J Dent Res*. 2023; Mar;102(3):254-62.
4. Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigão J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2019; Aug;107(6):2121-31.
5. Hanabusa M, Mine A, Kuboki T, Momoi Y, Van Ende A, Van Meerbeek B, De Munck J. Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine. *J Dent*. 2012; Jun;40(6):475-84.
6. Kim JH, Chae SY, Lee Y, Han GJ, Cho BH. Effects of multipurpose, universal adhesives on resin bonding to zirconia ceramic. *Oper Dent*. 2015; Jan-Feb;40(1):55-62.
7. Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent*. 2013; May;41(5):404-11.
8. Seabra B, Arantes-Oliveira S, Portugal J. Influence of multimode universal adhesives and zirconia primer application techniques on zirconia repair. *J Prosthet Dent*. 2014; Aug;112(2):182-7.
9. Carrilho E, Cardoso M, Marques Ferreira M, Marto CM, Paula A, Coelho AS. 10-MDP Based Dental Adhesives: Adhesive Interface Characterization and Adhesive Stability-A Systematic Review. *Materials (Basel)*. 2019; Mar 7;12(5).
10. Gutierrez MF, Perdigão J, Malaquias P, Cardenas AM, Siqueira F, Hass V, et al. Effect of Methacryloyloxydecyl Dihydrogen Phosphate-Containing Silane and Adhesive Used Alone or in Combination on the Bond Strength and Chemical Interaction With Zirconia Ceramics Under Thermal Aging. *Oper Dent*. 2020; Sep 1;45(5):516-27.
11. Dimitriadi M, Panagiotopoulou A, Pelecanou M, Yannakopoulou K, Eliades G. Stability and reactivity of γ -MPTMS silane in some commercial primer and adhesive formulations. *Dent Mater*. 2018; Aug;34(8):1089-101.
12. Melo LA, Moura IS, Almeida EO, Junior ACF, Dias TGS, Leite FPP. Efficacy of prostheses bonding using silane incorporated to universal adhesives or applied

separately: A systematic review. *J Indian Prosthodont Soc.* 2019; Jan-Mar;19(1):3-8.

13. Calixto ET, Kelmer VF, Komegae GH, Pacheco RR, Pini N, Sundfeld D. Influence of Varied Silane Commercial Brands and Adhesive Application on Bond Strength and Stability to Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent.* 2024; May 1;49(3):325-35.
14. Yao C, Yu J, Wang Y, Tang C, Huang C. Acidic pH weakens the bonding effectiveness of silane contained in universal adhesives. *Dent Mater.* 2018; May;34(5):809-18.
15. Yoshihara K, Nagaoka N, Sonoda A, Maruo Y, Makita Y, Okihara T, et al. Effectiveness and stability of silane coupling agent incorporated in 'universal' adhesives. *Dent Mater.* 2016; Oct;32(10):1218-25.
16. Yao C, Ahmed MH, De Grave L, Yoshihara K, Mercelis B, Okazaki Y, et al. Optimizing glass-ceramic bonding incorporating new silane technology in an experimental universal adhesive formulation. *Dent Mater.* 2021; May;37(5):894-904.
17. Robaian A. Effect of trialkoxysilane/aminosilane-containing universal adhesive on resin-ceramic microtensile bond strength and ceramic wettability: An in-vitro study. *Heliyon.* 2024; Jul 30;10(14):e34112.
18. Tang C, Ahmed MH, Yoshihara K, Peumans M, Van Meerbeek B. Multi-Parameter Characterization of HEMA/BPA-free 1- and 2-step Universal Adhesives Bonded to Dentin. *J Adhes Dent.* 2024; Feb 8;26:41-52.
19. Vasconcelos ECJ, Delgado AHS, Félix S, Brito J, Gonçalves L, Polido M. Improving Properties of an Experimental Universal Adhesive by Adding a Multifunctional Dendrimer (G-HEMA): Bond Strength and Nanoleakage Evaluation. *Polymers (Basel).* 2022; Apr 3;14(7).
20. Alkattan R. Adhesion to enamel and dentine: an update. *Prim Dent J.* 2023; Sep;12(3):33-42.
21. Jin X, Yuan X, Chen K, Xie H, Chen C. Role of 3-Methacryloxypropyltrimethoxysilane in Dentin Bonding. *ACS Omega.* 2022; May 10;7(18):15892-900.
22. Ye S, Lin JC, Kang LL, Li CL, Hou SS, Lee TL, Chuang SF. Investigations of silane-MDP interaction in universal adhesives: A ToF-SIMS analysis. *Dent Mater.* 2022; Jan;38(1):183-93.
23. Ye S, Chuang SF, Hou SS, Lin JC, Kang LL, Chen YC. Interaction of silane with 10-MDP on affecting surface chemistry and resin bonding of zirconia. *Dent Mater.* 2022; Apr;38(4):715-24.
24. Yuan X, Wang Q, Han F, Chen C, Xie H. Chemical interaction between 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate and

methacryloxypropyltrimethoxysilane in one-bottle dental primer and its effect on dentine bonding. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2021; Sep;121:104610.

25. Brkanović S, Sever EK, Vukelja J, Ivica A, Miletić I, Krmek SJ. Comparison of Different Universal Adhesive Systems on Dentin Bond Strength. *Materials (Basel).* 2023; Feb 12;16(4).
26. Costa MP, Giacomini MC, Zabeu GS, Mosquim V, Dallavilla GG, Santos P, Wang L. Impact of functional monomers, bioactive particles, and HEMA, on the adhesive performance of self-etch adhesive systems applied to simulated altered dentin. *J Dent.* 2024; Dec;151:105379.
27. Jäggi M, Karlin S, Zitzmann NU, Rohr N. Shear bond strength of universal adhesives to human enamel and dentin. *J Esthet Restor Dent.* 2024; May;36(5):804-12.
28. Thalacker C. Dental adhesion with resin composites: a review and clinical tips for best practice. *Br Dent J.* 2022; May;232(9):615-9.
29. McLean JW. The pioneers of enamel and dentin bonding. *J Adhes Dent.* 1999; Autumn;1(3):185-7.
30. Söderholm KJ. Dental adhesives how it all started and later evolved. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:227-30.
31. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955; Dec;34(6):849-53.
32. Bowen RL. Adhesive bonding of various materials to hard tooth tissues. II. Bonding to dentin promoted by a surface-active comonomer. *J Dent Res.* 1965; Sep-Oct;44(5):895-902.
33. Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to sixth generation. *J Am Dent Assoc.* 2000; Jun;131 Suppl:20s-5s.
34. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res.* 1979; Apr;58(4):1364-70.
35. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982; May;16(3):265-73.
36. Saikaew P, Sattabanasuk V, Harnirattisai C, Chowdhury A, Carvalho R, Sano H. Role of the smear layer in adhesive dentistry and the clinical applications to improve bonding performance. *Jpn Dent Sci Rev.* 2022; Nov;58:59-66.
37. Chowdhury A, Islam R, Alam A, Matsumoto M, Yamauti M, Carvalho RM, Sano H. Variable Smear Layer and Adhesive Application: The Pursuit of Clinical Relevance in Bond Strength Testing. *Int J Mol Sci.* 2019; Oct 29;20(21).

38. Breschi L, Maravic T, Mazzitelli C, Josic U, Mancuso E, Cadenaro M, et al. The evolution of adhesive dentistry: From etch-and-rinse to universal bonding systems. *Dent Mater.* 2025; Feb;41(2):141-58.
39. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, Tezvergil-Mutluay A. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011; Jan;27(1):1-16.
40. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011; Jan;27(1):17-28.
41. Ozer F, Blatz MB. Self-etch and etch-and-rinse adhesive systems in clinical dentistry. *Compend Contin Educ Dent.* 2013; Jan;34(1):12-4, 6, 8; quiz 20, 30.
42. Hardan L, Bourgi R, Kharouf N, Mancino D, Zarow M, Jakubowicz N, et al. Bond Strength of Universal Adhesives to Dentin: A Systematic Review and Meta-Analysis. *Polymers (Basel).* 2021; Mar 7;13(5).
43. Perdigão J, Swift EJ, Jr. Universal Adhesives. *J Esthet Restor Dent.* 2015; Nov-Dec;27(6):331-4.
44. Polesso Patias M, Fernandes ESP, Carreño NLV, Lund RG, Piva E, da Silva AF, De Oliveira Da Rosa WL. Comparative clinical performance of universal adhesives versus etch-and-rinse and self-etch adhesives: a meta-analysis. *Clin Oral Investig.* 2025; Jun 25;29(7):352.
45. Ahmed MH, Esteban DA, Attik N, Awad MM. Nanomechanical interlocking mechanism of 10-MDP nanolayering. *Sci Rep.* 2025; Aug 5;15(1):28548.
46. Delgado AHS, Ahmed MH, Nunes Ferreira M, Mano Azul A, Polido M, Yoshihara K, Van Meerbeek B. Physico-Chemical Properties and Performance of Functional Monomers Used in Contemporary Dental Adhesive Technology. *J Adhes Dent.* 2025; Oct 7;27:175-93.
47. Wongkamhaeng K, Poompanich K, Chitkraisorn T, Boonpitak K, Tosiriwatanapong T. Effect of combining different 10-MDP-containing primers and cement systems on shear bond strength between resin cement and zirconia. *BMC Oral Health.* 2025; Feb 8;25(1):206.
48. Llerena-Icochea AE, Costa RM, Borges A, Bombonatti J, Furuse AY. Bonding Polycrystalline Zirconia With 10-MDP-containing Adhesives. *Oper Dent.* 2017; May/Jun;42(3):335-41.
49. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater.* 2018; Jan;34(1):13-28.
50. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater.* 2012; May;28(5):467-77.

51. Matinlinna JP, Vallittu PK. Bonding of resin composites to etchable ceramic surfaces - an insight review of the chemical aspects on surface conditioning. *J Oral Rehabil.* 2007; Aug;34(8):622-30.
52. Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Dent.* 2015; Jul;43(7):765-76.
53. Zhang L, Wang DY, Fan J, Li F, Chen YJ, Chen JH. Stability of bonds made to superficial vs. deep dentin, before and after thermocycling. *Dent Mater.* 2014; Nov;30(11):1245-51.
54. Armstrong S, Breschi L, Özcan M, Pfefferkorn F, Ferrari M, Van Meerbeek B. Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile bond strength (μ TBS) approach. *Dent Mater.* 2017; Feb;33(2):133-43.
55. Hass V, Cardenas A, Siqueira F, Pacheco RR, Zago P, Silva DO, et al. Bonding Performance of Universal Adhesive Systems Applied in Etch-and-Rinse and Self-Etch Strategies on Natural Dentin Caries. *Oper Dent.* 2019; Sep/Oct;44(5):510-20.
56. Amran T, Esati J, Weiger R, Blatz MB, Eggmann F. Impact of Phosphoric Acid Etching Duration on the Bonding Performance of Universal Adhesives on Enamel: A Systematic Review of Laboratory Studies. *J Esthet Restor Dent.* 2025; Nov 26.
57. Koko M, Takagaki T, Abdou A, Inokoshi M, Ikeda M, Wada T, et al. Effects of the ratio of silane to 10-methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate (MDP) in primer on bonding performance of silica-based and zirconia ceramics. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2020; Dec;112:104026.
58. Sano H, Chowdhury A, Saikaew P, Matsumoto M, Hoshika S, Yamauti M. The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. *Jpn Dent Sci Rev.* 2020; Dec;56(1):24-31.
59. Hidari T, Takamizawa T, Imai A, Hirokane E, Ishii R, Tsujimoto A, et al. Role of the functional monomer 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate in dentin bond durability of universal adhesives in etch-&-rinse mode. *Dent Mater J.* 2020; Aug 2;39(4):616-23.
60. Stape THS, Viita-Aho T, Sezinando A, Seseogullari-Dirihan R, Eleftheriadi E, Mutluay M, Tezvergil-Mutluay A. To etch or not to etch, Part II: On the hydrophobic-rich content and fatigue strength of universal adhesives. *Dent Mater.* 2022; Aug;38(8):1419-31.
61. Giannini M, Makishi P, Ayres AP, Vermelho PM, Fronza BM, Nikaido T, Tagami J. Self-etch adhesive systems: a literature review. *Braz Dent J.* 2015; Jan-Feb;26(1):3-10.

62. Malysa A, Wezgowiec J, Grzebieluch W, Danel DP, Wieckiewicz M. Effect of Thermocycling on the Bond Strength of Self-Adhesive Resin Cements Used for Luting CAD/CAM Ceramics to Human Dentin. *Int J Mol Sci.* 2022; Jan 11;23(2).
63. Nikaido T, Kunzelmann KH, Chen H, Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, et al. Evaluation of thermal cycling and mechanical loading on bond strength of a self-etching primer system to dentin. *Dent Mater.* 2002; May;18(3):269-75.
64. Wendlinger M, Nuñez A, Moreira P, Carneiro TS, Cochinski GD, Siqueira F, et al. Effect of the Absence of HEMA on the Bonding Properties of Universal Adhesive Systems Containing 10-MDP: An In Vitro Study. *Oper Dent.* 2023; Sep 1;48(5):500-12.
65. Szczesio-Wlodarczyk A, Kopacz K, Szynkowska-Jozwik MI, Sokolowski J, Bociong K. An Evaluation of the Hydrolytic Stability of Selected Experimental Dental Matrices and Composites. *Materials (Basel).* 2022; Jul 20;15(14).
66. Ahmed B, El-Maksoud OA, Wafaie RA, Mahmoud SH. Effect of short dentin etching and water storage on bonding of resin composite to dentin with universal and two-step self-etch adhesive systems. *Sci Rep.* 2025; Dec 15;15(1):43817.
67. Kimyai S, Bahari M, Abed-Kahnamouei M, Ebrahimi-Chaharom ME, Asl-Oskouei MH. Effect of different application strategies of universal adhesive used for immediate and delayed dentin sealing on the microtensile bond strength of self-adhesive resin cement to dentin with and without aging. *J Clin Exp Dent.* 2023; Mar;15(3):e210-e6.
68. Wendlinger M, Pomacóndor-Hernández C, Pintado-Palomino K, Cochinski GD, Loguercio AD. Are universal adhesives in etch-and-rinse mode better than old 2-step etch-and-rinse adhesives? One-year evaluation of bonding properties to dentin. *J Dent.* 2023; May;132:104481.
69. Cruz J, Sousa B, Coito C, Lopes M, Vargas M, Cavaleiro A. Microtensile bond strength to dentin and enamel of self-etch vs. etch-and-rinse modes of universal adhesives. *Am J Dent.* 2019; Aug;32(4):174-82.
70. Masarwa N, Mohamed A, Abou-Rabii I, Abu Zaghlan R, Steier L. Longevity of Self-etch Dentin Bonding Adhesives Compared to Etch-and-rinse Dentin Bonding Adhesives: A Systematic Review. *J Evid Based Dent Pract.* 2016; Jun;16(2):96-106.
71. Yamauchi K, Tsujimoto A, Jurado CA, Shimatani Y, Nagura Y, Takamizawa T, et al. Etch-and-rinse vs self-etch mode for dentin bonding effectiveness of universal adhesives. *J Oral Sci.* 2019; Nov 27;61(4):549-53.
72. Cardoso GC, Nakanishi L, Isolan CP, Jardim PDS, Moraes RR. Bond Stability of Universal Adhesives Applied To Dentin Using Etch-And-Rinse or Self-Etch Strategies. *Braz Dent J.* 2019;30(5):467-75.

73. Chen H, Feng S, Jin Y, Hou Y, Zhu S. Comparison of bond strength of universal adhesives using different etching modes: A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater J*. 2022; Feb 1;41(1):1-10.
74. Erhardt MC, Lobo MM, Goulart M, Coelho-de-Souza FH, Valentino TA, Pisani-Proenca J, et al. Microtensile bond strength of etch-and-rinse and self-etch adhesives to artificially created carious dentin. *Gen Dent*. 2014; May-Jun;62(3):56-61.
75. Hardan L, Orsini G, Bourgi R, Cuevas-Suárez CE, Nicastro M, Lazarescu F, et al. Effect of Active Bonding Application after Selective Dentin Etching on the Immediate and Long-Term Bond Strength of Two Universal Adhesives to Dentin. *Polymers (Basel)*. 2022; Mar 11;14(6).
76. Muñoz MA, Luque-Martinez I, Malaquias P, Hass V, Reis A, Campanha NH, Loguercio AD. In vitro longevity of bonding properties of universal adhesives to dentin. *Oper Dent*. 2015; May-Jun;40(3):282-92.
77. Siqueira FSF, Wendlinger M, Araújo LCR, Moreira PHA, Cardenas AFM, Carvalho TS, et al. Bonding performance of universal adhesives to eroded dentine: A 6-year evaluation. *J Dent*. 2023; Sep;136:104633.
78. Teixeira GS, Pereira GKR, Susin AH. Aging Methods-An Evaluation of Their Influence on Bond Strength. *Eur J Dent*. 2021; Jul;15(3):448-53.
79. Gutiérrez MF, Alegría-Acevedo LF, Méndez-Bauer L, Bermudez J, Dávila-Sánchez A, Buvinic S, et al. Biological, mechanical and adhesive properties of universal adhesives containing zinc and copper nanoparticles. *J Dent*. 2019; Mar;82:45-55.
80. Ismail HS, Ali AI, Elawsya ME. Influence of curing mode and aging on the bonding performance of universal adhesives in coronal and root dentin. *BMC Oral Health*. 2024; Oct 5;24(1):1188.
81. Kaczor K, Gerula-Szymańska A, Smektała T, Safranow K, Lewusz K, Nowicka A. Effects of different etching modes on the nanoleakage of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis. *J Esthet Restor Dent*. 2018; Jul;30(4):287-98.
82. Nonato RF, Moreira PHA, Silva DOD, Ferreira MWC, Reis A, Cardenas AFM, et al. Long-term Evaluation of Bonding Performance of Universal Adhesives based on Different Dentinal Moisture Levels. *J Adhes Dent*. 2022; Nov 8;24:395-406.
83. Tichy A, Hosaka K, Abdou A, Nakajima M, Tagami J. Degree of Conversion Contributes to Dentin Bonding Durability of Contemporary Universal Adhesives. *Oper Dent*. 2020; Sep 1;45(5):556-66.
84. Fuentes MV, Perdigão J, Baracco B, Giráldez I, Ceballos L. Effect of an additional bonding resin on the 5-year performance of a universal adhesive: a randomized clinical trial. *Clin Oral Investig*. 2023; Feb;27(2):837-48.

85. Josic U, Maravic T, Mazzitelli C, Radovic I, Jacimovic J, Del Bianco F, et al. Is clinical behavior of composite restorations placed in non-carious cervical lesions influenced by the application mode of universal adhesives? A systematic review and meta-analysis. *Dent Mater*. 2021; Nov;37(11):e503-e21.

**ANEXO A - APROVAÇÃO DO PROJETO PELA COMISSÃO DE ÉTICA EM
PESQUISA DA UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA (COEP / UEPG)**

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: Desempenho de adesivos universais contendo ou não silano na adesão à dentina: um estudo in vitro

Pesquisador: Alessandro Dourado Loguercio

Área Temática:

Versão: 1

CAAE: 85074724.0.0000.0105

Instituição Proponente: Universidade Estadual de Ponta Grossa

Patrocinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 7.273.867

Apresentação do Projeto:

Duzentos e trinta e oito molares hígidos serão utilizados e alocados aleatoriamente nos quatorze grupos experimentais (n = 17) de acordo com o 1) sistema adesivo (com e sem silano) e 2) a estratégia adesiva (acondicionamento e lavagem e autocondicionaste). Sete adesivos universais serão utilizados (Scotchbond Universal [SBU], Scotchbond Universal Plus [SBP], Clearfil Universal Bond [CUB], Clearfill S Bond Universal Quick [CUQ], Ambar Universal APS [AMB], Ambar Universal APS Plus [AMP], Beautibond Xtreme [BBX]).

Objetivo da Pesquisa:

Objetivo Primário:

Avaliar o desempenho de adesivos universais com e sem silano nas propriedades adesivas à dentina.

Objetivo Secundário:

1. Avaliar o efeito dos adesivos universais com e sem silano na resistência de união à dentina, no tempo imediato e após termociclagem por meio de um teste de microtração.
2. Avaliar o efeito dos adesivos universais com e sem silano na nanoinfiltração na dentina, no tempo imediato e após termociclagem por meio de um microscópio eletrônico de varredura.
3. Avaliar o efeito dos adesivos universais com e sem silano no grau de conversão por meio da espectroscopia de micro-Raman.

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

Bairro: Uvaranas

CEP: 84.030-900

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3220-3282

E-mail: propespsecretaria@uepg.br

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG



Continuação do Parecer: 7.273.867

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Riscos:

Os dentes que serão utilizados para este estudo vão ser retirados do Banco de Dentes Humanos da Universidade Estadual de Ponta Grossa. Eles já vêm desinfetados e pronto para a experimentação. Todo procedimento elaborado será por meio do uso de EPI's para diminuir os riscos.

Benefícios:

A pesquisa contribuirá para um melhor entendimento sobre o desempenho dos sistemas adesivos universais com e sem silano na adesão à dentina ao longo do tempo, consequentemente, a preservação de estrutura dental em detrimento da necessidade de troca de restaurações.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A presente pesquisa de Pós-Graduação do Departamento de Dentística Restauradora e Odontologia possui metodologia bem delineada e é exequível.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Termo de dispensa de TCLE e Solicitada, pois o pesquisador informa que não haverá intervenção direta com participantes.

Declaração do banco de dentes e De acordo.

Folha de rosto: De acordo e assinada pelo coordenador do programa de Pós-Graduação Strictu Sensu em Odontologia e UEPG.

Recomendações:

Todos os documentos pertinentes foram apresentados em anexo e de acordo.

Enviar o relatório final ao término do projeto por Notificação via Plataforma Brasil para evitar pendências.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Após análise documental considera-se aprovado este projeto e devidamente autorizado para seu início conforme cronograma apresentado.

Considerações Finais a critério do CEP:

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

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
PONTA GROSSA - UEPG**



Continuação do Parecer: 7.273.867

Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Situação
Informações Básicas do Projeto	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_PROJETO_2464246.pdf	25/11/2024 15:59:23		Aceito
TCLE / Termos de Assentimento / Justificativa de Ausência	Justificativa.pdf	25/11/2024 15:56:40	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Declaração de Manuseio Material Biológico / Biorepositório / Biobanco	DeclaracaoBDH.pdf	25/11/2024 15:56:24	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Projeto Detalhado / Brochura Investigador	ProtocoloDePesquisa.doc	25/11/2024 15:55:51	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito
Folha de Rosto	FolhaDeRosto.pdf	25/11/2024 15:54:53	Alessandro Dourado Loguercio	Aceito

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP:

Não

PONTA GROSSA, 06 de Dezembro de 2024

**Assinado por:
ULISSES COELHO
(Coordenador(a))**

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

Bairro: Uvaranas

CEP: 84.030-900

UF: PR

Município: PONTA GROSSA

Telefone: (42)3220-3282

E-mail: propespsecretaria@uepg.br