



**UNIVERSIDADE FEDERAL DE UBERLÂNDIA**  
**FACULDADE DE ODONTOLOGIA**



**AMANDA DAS GRAÇAS SOARES**

**INFLUÊNCIA DO PROTOCOLO ADESIVO NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE REPAROS EM  
RESINA COMPOSTA**

UBERLÂNDIA

2023

AMANDA DAS GRAÇAS SOARES

**INFLUÊNCIA DO PROTOCOLO ADESIVO NA  
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE REPAROS EM  
RESINA COMPOSTA**

Trabalho de conclusão de curso apresentado à Faculdade de Odontologia da UFU, como requisito parcial para obtenção do título de Graduado em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Luís Henrique Araújo Raposo

Co-orientador: Prof. Dr. Murilo de Sousa Menezes

UBERLÂNDIA

2023

## AGRADECIMENTOS

À Deus, que sempre esteve comigo, por toda força, tantas bênçãos e, principalmente, por ter me guiado pelos melhores caminhos.

Aos meus pais e irmão, Valéria, Edgar e Vinícius, por terem me transmitido valores que nenhuma faculdade é capaz de ensinar. À minha mãe, que orou incansavelmente todos os dias pela filha que saiu de casa. Ao meu pai, que trabalhou incansavelmente todos os dias para que meu sonho se tornasse real. Ao meu irmão, o melhor de todos, que não mediu esforços para que o caminho fosse percorrido com mais leveza e apoio.

Aos meus amigos, dos mais antigos aos mais novos, por terem sido companheiros de tantas histórias, tantas alegrias (e tristezas também). À Rayana, Vanessa e Glícia, que estão presentes há mais de uma década e acompanharam todas as fases, sempre com ouvidos e ombros amigos. À Jaíne e Isadora, que foram meu grande apoio e que sempre me acolheram com bondade e paz. À Aline, minha eterna dupla, que viveu comigo uma montanha-russa chamada faculdade, e me encorajou a enfrentar minhas maiores dificuldades. À Nathália e Gabriela, por estarem ao lado desde o início, compartilhando todos os momentos. Aos que me aproximei nos últimos tempos, Angelo, Camila Mariotti, Camila Maura, Clinton, por terem me apresentado uma nova perspectiva e por terem deixado os dias mais alegres, menos cansativos e muito, muito mais suportáveis.

Às que foram minha família longe de casa, Lorena, Anny, Lavínia, Júlia e Silene, cada uma à sua maneira, por terem me ensinado muito sobre convivência, flexibilidade, maturidade e consciência.

Aos professores e funcionários, por terem me formado para além do campo profissional, especialmente aos meus orientadores Luis Raposo, Murilo, Ana Laura e Paola, que tanto me ensinaram nos últimos anos. Ao PET, por ter sido meu melhor trabalho em grupo e por tanto aprendizado. Ao meu querido tutor Guilherme, pelos conselhos e motivações valiosos.

À Faculdade de Odontologia e à Universidade Federal de Uberlândia, que eram o meu maior sonho aos 15 anos, por todas as oportunidades e experiências. A Amanda que se matriculou em 2018 é muito diferente da que escreve isso hoje e, se fosse preciso, faria tudo de novo. Grata!

## RESUMO

Este estudo avaliou a influência do protocolo adesivo empregando silano e adesivo universal com e sem envelhecimento na resistência de união de reparos em resina composta. Um adesivo universal (AU) e diferentes agentes de união do tipo silano, pré-hidrolisado (PH) e de hidrólise imediata (HI) associados a adesivo convencional, foram testados em reparos de resina composta. Os espécimes foram preparados com resina composta incorporada em resina de poliestireno e envelhecidos por um mês em água destilada a 37°C. Metade dos agentes silano e o adesivo universal foram submetidos à processo de envelhecimento (48°C/1mês) e a outra metade foi usada sem envelhecimento. Os espécimes de resina composta foram jateados com óxido de alumínio para tratamento superficial e limpos com ácido fosfórico. Em seguida, os diferentes sistemas de silano (PH ou HI) associados a adesivo convencional foram aplicados conforme os grupos. Para AU, uma camada de silano não foi aplicada previamente. Foram confeccionados 4 cilindros com resina composta em cada espécime e os mesmos foram submetidos à teste de resistência ao microcisalhamento ( $\mu$ SBS) e análise do padrão de falha. Os dados foram submetidos à análise de variância em dois fatores seguida por teste de Tukey e Kruskal-Wallis ( $\alpha = 0,05$ ). Não foram observadas diferenças significantes na resistência de união dos diferentes produtos sem envelhecimento. Com envelhecimento, AU apresentou maiores valores de resistência de união, PH apresentou redução significativa da resistência adesiva e HI não apresentou diferença significativa. Foram observadas mais falhas coesivas na resina composta do substrato. Concluiu-se que o silano pré-hidrolisado apresenta mais instabilidade hidrolítica do que o silano de hidrólise imediata e que o adesivo universal.

**Palavras-chave:** Adesão. Adesivo. Reparo. Resina composta. Resistência de união. Silano.

## ABSTRACT

This study evaluated the influence of the adhesive protocol employing silane and universal adhesive with and without aging on the bond strength of composite resin repairs. A universal adhesive (AU) and different types of silane bonding agents, pre-hydrolyzed (PH) and immediate hydrolysis (HI) associated with conventional adhesive, were tested on composite resin repairs. The specimens were prepared with composite resin incorporated into polystyrene resin and aged for one month in distilled water at 37°C. Half of the silane agents and the universal adhesive were subjected to aging process (48°C/1 month), while the other half was used without aging. The composite resin specimens were sandblasted with aluminum oxide for surface treatment and cleaned with phosphoric acid. Then, the different silane systems (PH or HI) associated with conventional adhesive were applied according to the groups. For AU, a layer of silane was not applied beforehand. Four cylinders with composite resin were fabricated in each specimen and they were subjected to microshear bond strength ( $\mu$ SBS) testing and analysis of failure pattern. The data were subjected to two-way analysis of variance followed by Tukey and Kruskal-Wallis tests ( $\alpha = 0.05$ ). No significant differences were observed in the bond strength of the different products without aging. With aging, AU showed higher bond strength values, PH showed a significant reduction in adhesive strength, and HI did not show a significant difference. More cohesive failures were observed in the composite resin of the substrate. It was concluded that pre-hydrolyzed silane exhibits more hydrolytic instability than immediate hydrolysis silane and the universal adhesive.

**Keywords:** Adhesion. Adhesive. Repair. Composite resins. Bond strength. Silane.

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Composição dos materiais utilizados no reparo de resina composta .....	10
Tabela 2 - Média (DP) para resistência de união ao microcisalhamento (MPa), de acordo com o tipo de agente de união e armazenamento (n=10); SE- sem envelhecimento, PE- pós envelhecimento.....	14
Tabela 3 - Frequência de distribuição (%) do padrão de falha dos grupos do estudo (p=0,843) .....	15

## SUMÁRIO

<b>1 INTRODUÇÃO .....</b>	<b>8</b>
<b>2 METODOLOGIA.....</b>	<b>10</b>
<b>2.1 Espécimes de resina composta .....</b>	<b>11</b>
<b>2.2 Preparo dos espécimes.....</b>	<b>11</b>
<b>2.3 Resistência de união ao microcisalhamento (<math>\mu</math>SBS) .....</b>	<b>12</b>
<b>2.4 Modo de falha.....</b>	<b>13</b>
<b>2.5 Análise estatística .....</b>	<b>13</b>
<b>3 RESULTADOS .....</b>	<b>14</b>
<b>3.1 Resistência de união (<math>\mu</math>SBS).....</b>	<b>14</b>
<b>3.2 Modo de falha.....</b>	<b>14</b>
<b>4 DISCUSSÃO .....</b>	<b>16</b>
<b>5 CONCLUSÃO.....</b>	<b>19</b>
<b>6 REFERÊNCIAS .....</b>	<b>20</b>

## 1 INTRODUÇÃO

As causas mais frequentemente relatadas em falhas de restaurações posteriores são devido a cáries, fraturas dentais ou da restauração<sup>1</sup>, enquanto em restaurações anteriores, a falha está principalmente relacionada a fatores estéticos<sup>2</sup>. Os tratamentos para essas falhas variam entre substituição ou reparo da restauração<sup>3</sup>. A substituição está diretamente relacionada à maior perda de estrutura dental e isso pode contribuir para a aceleração do ciclo restaurador<sup>3-5</sup>. Por essa razão, muitos profissionais optam pelo reparo de resina composta como uma alternativa para esse tipo de tratamento<sup>6</sup>. Este procedimento apresenta vantagens como ser mais rápido, ter menor custo, ser mais confortável<sup>7</sup> e com menor chance de alterações pulpares<sup>8</sup>.

Em restaurações de resina composta recém-confeccionadas, monômeros não reagidos ainda estão disponíveis para a união química com novos incrementos. No entanto, em compósitos mais antigos, os monômeros não reagidos são lixiviados e não há ligação química disponível para união com novos incrementos<sup>9,10</sup>. O embricamento mecânico é o fator mais significativo para aumentar a resistência de união entre resina de reparo e a resina composta envelhecida. O aumento da rugosidade e energia de superfície livre, por meio da remoção da camada superficial de resina deteriorada pelo ambiente oral, aumenta também a possibilidade do material oferecer uma maior quantidade de carbono com a ligação livre disponível<sup>9</sup>. Vários protocolos são indicados para aumento da rugosidade para reparo em restaurações de resina composta, como jateamento com óxido de alumínio<sup>11</sup>, abrasão com pontas diamantadas<sup>12,13</sup>, tratamento com ácido fluorídrico e ácido fosfórico<sup>14,15</sup>, dentre outros.

Com base na World Dental Federation (FDI), os seguintes passos de tratamento devem ser considerados obrigatórios ao se realizar reparos em restaurações de resinas compostas parcialmente defeituosas<sup>3</sup>: aumento da rugosidade superficial usando pontas diamantadas<sup>2</sup>, jateamento com partículas abrasivas ou revestidas com sílica<sup>1</sup>, aplicação de agente de união (silano ou adesivo universal)<sup>4</sup>, e aplicação da resina composta<sup>16</sup>.

O uso de agentes tipo silano no reparo de restaurações em resina composta é um consenso na literatura. O silano é composto por radicais orgânicos reativos e grupos hidrolisáveis monovalentes que promovem união química entre as fases orgânicas e inorgânicas de cerâmicas e polímeros odontológicos<sup>20, 21</sup>. O silano mais utilizado em odontologia é o  $\gamma$ -metacriloxipropiltrimetoxissilano ( $\gamma$ -MPS), que possui um grupo metacrilato em uma das extremidades da molécula<sup>20, 21</sup>. Para desempenhar sua função, o silano precisa passar por processo de hidrólise que ocorre por meio da manipulação do silano

com um solvente, em sua maioria, etanol ou água<sup>20, 21</sup>. O ácido acético presente nos silanos tem a função de catalisar a reação, uma vez que os silanos apresentam reação de hidrólise mais rápida em pH ácido<sup>20, 21</sup>.

A hidrólise do silano ocorre para formar silanol, que, ao se ligar à sílica, forma uma ligação de siloxano reticulado, gerada a partir de uma reação de condensação<sup>20, 21</sup>. O silano pode ser encontrado no mercado em diferentes formulações. Os agentes de ligação comumente usados são silanos de frasco único, que contêm o silano, solvente e catalisador no mesmo recipiente, chamados de silanos pré-hidrolisados<sup>20</sup>. No entanto, estudos mostram que os silanos pré-hidrolisados tem vida útil curta após o primeiro uso, pois pode ocorrer reação de condensação de desidratação, inativando o silano contido na embalagem<sup>22</sup>. Os silanos de dois passos comumente contêm silano e etanol em um frasco e solução de ácido acético em outro, que são misturados minutos antes do emprego do produto.

A formulação recente de adesivos universais contendo silano trouxe novas possibilidades<sup>10</sup>. Os adesivos universais comumente contêm silano, HEMA, MDP e Bis-GMA combinados em uma solução de frasco único<sup>10</sup>. O adesivo contendo 10-fosfato de dihidrogênio de metacrilato (10-MDP) tem se mostrado capaz de proporcionar ligações confiáveis a materiais restauradores diretos, indiretos e também aos substratos dentais<sup>23</sup>. Além disso, vários fabricantes adicionaram silanos em sua formulação para permitir seu uso em reparos e restaurações indiretas sem necessidade de aplicação de uma camada separada de silano<sup>24</sup>. Tanto os agentes silanos quanto os adesivos convencionais ou ditos universais, estão sujeitos a processos de degradação por envelhecimento, o que pode afetar suas propriedades<sup>38</sup>.

No entanto, a literatura ainda é escassa em relação à análise de estabilidade hidrolítica do silano em frasco fechado após o envelhecimento e da resistência de união resultante desses produtos. Portanto, o objetivo deste estudo é avaliar o desempenho de reparos em resinas compostas utilizando frascos fechados de silanos pré-hidrolisados, silanos de hidrólise imediata e adesivos universais, submetidos ou não a processo de envelhecimento. A hipótese nula foi que não há diferença na resistência de união de reparos em resina composta quando empregados silanos pré-hidrolisados, silanos de hidrólise imediata ou adesivos universais, submetidos ou não a processo de envelhecimento.

## 2 METODOLOGIA

Dois agentes de união do tipo silano: PH- pré-hidrolisado (Prosil, FGM, Joinville, SC, Brasil); e HI- hidrólise imediata (Silano, Dentsply, Pensilvânia, EUA); e AU- adesivo universal (Single Bond Universal, 3M-ESPE, St. Paul, MN, EUA) foram avaliados em dois níveis: SE- frasco novo, sem envelhecimento; PE- sistemas submetidos à processo de envelhecimento, com armazenamento a 48°C por 30 dias<sup>25</sup>. Para os grupos PH e SI, utilizou-se sistema adesivo de condicionamento total e passo único associado (Ambar APS, FGM). Os materiais utilizados e suas composições químicas estão descritos na Tabela 1.

Tabela 1 - Composição dos materiais utilizados no reparo de resina composta

<b>Nome comercial</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Material</b>	<b>Composição</b>	<b>Lote</b>
Ambar APS	FGM, Joinville, SC, Brasil	Sistema adesivo condicionante (2 passos)	Monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, co-iniciadores, nanopartículas de sílica e etanol	150818
Ultra-Etch	Ultradent, Indaiatuba, SP, Brasil	Ácido fosfórico 35%	Ácido fosfórico 35%, água, pigmentos e dióxido de silício	BWHGB
Silano	Dentsply Ind. E Com. Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil	Silano	Primer: 95% álcool etílico e silano A 174; Ativador: 95% álcool etílico e ácido acético.	31974M 371974M
Prosil	FGM, Joinville, SC, Brasil	Silano	3- metacriloxpropiltrimetoxissilano, água e etanol	060420
Single Bond Universal	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	Adesivo universal	MDP monômero de fosfato, resinas dimetacrilato, HEMA, metacrilato modificado por copolímero ácido, preenchedor, etanol, água, iniciadores, silano.	2015500264
Palfique Estelite	Tokuyama Dental Corp.,	Resina composta	Sílica-zircônia, Bis-GMA, TEGDMA, foto iniciador	E716M1

	Tóquio, Japão			
Óxido de alumínio	Bio-art, São Carlos, SP, Brasil	Partículas de óxido de alumínio	Óxido de alumínio (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	49641

## 2.1 Espécimes de resina composta

Um total de sessenta espécimes (n=10) de resina composta microparticulada (Palfique LX5, A2, Tokuyama, Japão), foram preparados em forma de disco (10 mm de diâmetro e 1 mm de espessura), empregando matriz cilíndrica de teflon sob placa de vidro. O molde cilíndrico foi coberto com tira de poliéster e em seguida, foi aplicada pressão por 10 segundos com placa de vidro para extravasar o excesso de resina composta e obter uma superfície lisa e plana em cada espécime. Os espécimes foram fotoativados em ambos os lados por 20 segundos utilizando unidade LED multipeak (Valo, Ultradent, South Jordan, UT, EUA) no modo padrão (1.000 mW/cm<sup>2</sup>). Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas. Em seguida, os espécimes foram incorporados em resina de poliestireno (Aerojet, Santo Amaro, Brasil) e finalizados com lixas de carbetto de silício sequenciais, em ordem crescente de granulação (600, 800, 1200 e 2000) sob irrigação (Politriz Universal, Arotec, São Paulo, SP, Brasil). Posteriormente, os espécimes foram limpos em cuba ultrassônica com água destilada por 10 minutos e armazenados em água destilada a 37°C por 6 meses para simulação de envelhecimento das restaurações. A água destilada dos espécimes foi trocada semanalmente.

## 2.2 Preparo dos espécimes

Após 6 meses, os espécimes foram divididos aleatoriamente em seis grupos de acordo com o tipo de agente de união (silano/adesivo ou adesivo universal) e envelhecimento dos sistemas (envelhecido ou não). Foi realizado jateamento dos espécimes com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (Bio-Art, São Carlos, SP, Brasil), com o orifício de saída do jato mantido perpendicular à superfície por 10s a uma distância de 10 mm. A superfície dos espécimes foi então limpa com ácido fosfórico 37% por 30 segundos, lavada com jato de ar/água por 60 segundos e seca com jato de ar por 60 segundos<sup>28</sup>.

O primer de silano pré-hidrolisado (PH) foi aplicado ativamente sobre a resina composta por 60s, seguido de secagem completa com leves jatos de ar até a completa

evaporação do solvente, conforme instruções do fabricante. Duas camadas de agente de união de condicionamento total e passo único (Âmbar APS, FGM) foram aplicadas e após volatilização do solvente com jatos de ar, foi realizada fotoativação por 20 s. O silano de hidrólise imediata (HI) foi manipulado misturando o primer e o ativador em um frasco de silicone, sendo aguardados 5 minutos, e realizada posteriormente a aplicação com fricção ativa por 60s, seguido de secagem completa com jato de ar até evaporação do solvente. Duas camadas de agente de união de condicionamento total e passo único (Âmbar APS, FGM) foram aplicadas e, após volatilização do solvente com jatos de ar, foi realizada fotoativação por 20 s. Para o grupo AU, o adesivo universal (Single Bond Universal, 3M-ESPE) foi empregado de acordo com as recomendações do fabricante, sendo aplicado na superfície da resina composta e friccionado ativamente por 20 segundos. Foi aplicado leve jato de ar sobre o adesivo por aproximadamente 5 segundos, para volatilização do solvente seguido por fotoativação por 10s.

Para simular os reparos em restaurações de resina composta, foram utilizados quatro tubos Tygon (TYG-030, Small Parts Inc., Miami Lakes, FL, USA) por espécime, com diâmetro interno e altura de aproximadamente 0,75 mm e 1,50 mm, respectivamente. Os tubos Tygon foram aderidos com distância mínima de 1,5 mm sobre a resina composta envelhecida. Posteriormente foi inserida resina composta microparticulada (Palfique LX5, A2) nos tubos e os cilindros foram fotoativados por 20s. Os moldes de silicone foram seccionados longitudinalmente com lâmina de bisturi e removidos cuidadosamente, com os espécimes sendo armazenados a 37°C por 24h, imersos em água destilada antes do ensaio.

### **2.3 Resistência de união ao microcisalhamento ( $\mu$ SBS)**

Um paquímetro (530312B10, Mitutoyo, Tóquio, Japão) foi empregado para medir as dimensões dos cilindros de resina e, em seguida, fio ortodôntico com diâmetro de 0,2 mm (Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) foi colocado perpendicularmente ao eixo dos tubos de resina, paralelo ao plano horizontal. A resistência de união foi testada usando uma máquina de ensaios mecânicos (OM100; Odeme, Luzema, SC, Brasil) com velocidade de tração de 1,0 mm/min até falha do corpo de prova. A resistência de união (MPa) de cada cilindro foi calculada com a seguinte fórmula:  $T=F/A$ , onde F é a força necessária para a falha (N) fornecida pela máquina e  $\pi r^2$  é a área colada ( $\text{mm}^2$ ) dos corpos de prova.

## **2.4 Modo de falha**

Não ocorreram falhas prematuras e a área de falha dos cilindros foi examinada por estereomicroscopia (Mitutoyo, Kawasaki, Japão) com aumento de 40x, para determinar o modo de falha. As falhas foram classificadas em: falha adesiva, falha coesiva em resina composta (substrato), falha coesiva em reparo ou falhas mistas. Considerou-se falhas adesivas as que ocorreram na interface adesiva; falhas coesivas quando houve fratura parcial na resina composta; e falha mista quando houve envolvimento na interface e na resina composta.

## **2.5 Análise estatística**

Os dados de resistência de união foram testados por distribuição normal (Shapiro-Wilk) e igualdade de variâncias (teste de Levene), seguido de teste estatístico paramétrico. A análise de variância em dois fatores (2-way ANOVA) foi empregada. As comparações múltiplas foram feitas usando o teste de Tukey HSD. A distribuição de frequência do padrão de falha foi comparada com o teste de Kruskal-Wallis. Todos os testes empregaram nível de significância  $\alpha = 0,05$  e as análises foram realizadas com o pacote estatístico Sigma Plot versão 13.1 (Systat Software Inc, San Jose, CA, EUA).

### 3 RESULTADOS

#### 3.1 Resistência de união ( $\mu$ SBS)

Os valores médios e desvios padrão para resistência de união ( $\mu$ SBS) estão descritos na Tabela 2. Foi verificada diferença significativa entre os grupos experimentais, com interação entre os fatores agente de união e armazenamento ( $p=0,014$ ). Os diferentes primers de silano não apresentam diferença estatística quando não submetidos à envelhecimento. Quando submetidos à envelhecimento, maior resistência de união (MPa) foi verificada para AU (14,57), do que para PH (12,9) e HI (12,19). O silano PH apresentou maior resistência de união sem envelhecimento do que com envelhecimento ( $p=0,037$ ). O silano HI ( $p=0,157$ ) e AU ( $p=0,062$ ) não apresentaram diferenças significantes sem e com envelhecimento.

Tabela 2 - Média (DP) para resistência de união ao microcisalhamento (MPa), de acordo com o tipo de agente de união e armazenamento ( $n=10$ ); SE- sem envelhecimento, PE- pós envelhecimento

<i>Grupos</i>	SE	PE
<i>AU</i>	13,32 (1,43) Aa	14,57 (1,44) Aa
<i>PH</i>	14,39 (1,35) Aa	12,98 (1,9) Bb
<i>HI</i>	13,14 (1,18) Aa	12,19 (1,70) Ba

\* As letras distintas indicam diferenças estatísticas ( $p < 0,05$ ). Letras maiúsculas indicam diferença nos agentes de união (colunas, vertical) e letras minúsculas indicam diferença no armazenamento (linhas, horizontal).

#### 3.2 Modo de falha

O modo de falha observado nos espécimes é descrito na Tabela 3. A falha mais prevalente foi do tipo coesiva no substrato de resina composta, seguido por falha mista, exceto para HI-SE. Comparando a distribuição de falhas, a análise de Kruskal Wallis (Tabela 3) não mostrou diferença estatística para os grupos experimentais ( $p=0,843$ ).

Tabela 3 - Frequência de distribuição (%) do padrão de falha dos grupos do estudo (p=0,843)

<b>Grupo</b>	<b>Adesiva</b>	<b>Coesiva no substrato</b>	<b>Coesiva em reparo</b>	<b>Mista</b>
<i>AU (SE)</i>	15%	60%	0%	25%
<i>AU (PE)</i>	8%	72%	0%	20%
<i>PH (SE)</i>	15%	63%	0%	22%
<i>PH (PE)</i>	7%	80%	3%	10%
<i>HI (SE)</i>	0%	97%	0%	3%
<i>HI (PE)</i>	20%	62%	3%	15%

## 4 DISCUSSÃO

Os primers de silano e o adesivo universal são representantes de agentes de união de diferentes categorias de produtos atualmente disponíveis no mercado. Foi observado redução na resistência de união de acordo com o tipo de agente de união (tratamento de superfície) e armazenamento dos mesmos (envelhecimento). Portanto, a hipótese do estudo, de que não há diferença no tratamento de superfície com diferentes agentes de união e tempo de armazenamento dos mesmos no reparo de restaurações de resina composta, foi rejeitada.

Os silanos e o adesivo universal apresentaram desempenhos semelhantes em relação à resistência de união do reparo quando não envelhecidos, o que possibilita ao clínico a escolha do produto de acordo com critérios pessoais, como a facilidade de uso e custo-benefício. No entanto, é necessário o conhecimento acerca da deterioração do agente de união provocado pelo envelhecimento. O silano pré-hidrolisado possui vida útil curta, pois perde a estabilidade química e eficiência com o tempo, devendo ser substituído com maior frequência<sup>39</sup>. O presente estudo corrobora com essa afirmação, pois foi observado que, com o envelhecimento, o silano pré-hidrolisado apresentou a maior diferença de resistência de união em relação ao frasco novo. O silano de hidrólise imediata e o adesivo universal apresentaram boa estabilidade e mantiveram o desempenho, sendo o AU o que obteve a maior resistência de união após envelhecimento.

Os adesivos universais foram desenvolvidos com proposta de uso na estrutura dental com ou sem condicionamento prévio da dentina, porém necessitam de condicionamento seletivo do esmalte<sup>26</sup>. Além disso, alguns fabricantes adicionaram silano em sua formulação, com o objetivo de simplificar o protocolo clínico, reduzindo assim o tempo de cadeira e os erros do operador<sup>27</sup>. Estudos sugeriram que a adição de silano aos adesivos universais não melhora a durabilidade da eficácia de união desses sistemas à cerâmica de dissilicato de lítio<sup>28, 29</sup>. Devido ao adesivo universal conter vários ingredientes além do silano, esse fato resulta em menos moléculas de silano por área em contato com a superfície da restauração, em contraste com um agente de união do tipo silano puro<sup>29</sup>. Além disso, a eliminação de solventes e outros subprodutos formados durante a reação de condensação do silano podem ser prejudicados pelo desenvolvimento de uma densa rede de polímeros nos sistemas adesivos universais<sup>29</sup>. Ademais, a interação do silano com grupamentos -OH e monômeros contendo grupos polares tem sido considerada como um dos motivos para a desativação do silanol<sup>30</sup>.

Em relação aos reparos em resina composta, o uso do adesivo universal sem a aplicação prévia de silano ainda é controverso. Alguns artigos relatam que o adesivo universal é

eficiente para reparos com resina composta<sup>31</sup>, outros relatam menor resistência de união<sup>10,27</sup>. O presente estudo demonstrou resistência de união adequada quando apenas o adesivo universal foi utilizado no reparo em resina composta. O Scotchbond Universal Adhesive contém 10-MDP, um monômero funcional que pode se ligar quimicamente a grupos de óxidos como SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, ZrO<sub>2</sub> presentes na resina composta<sup>9</sup>. Os monômeros 10-MDP também podem reagir com a zircônia através do grupo de óxidos presente tanto na molécula do MDP quanto na superfície da zircônia<sup>32</sup>. Alguns estudos sugerem a interação química do adesivo universal com a superfície da zircônia independente da aplicação de um agente de união do tipo silano<sup>32,33</sup>.

Considerando que a resina composta testada (Palfique LX5) contém cargas de zircônia, o monômero 10-MDP pode favorecer a resistência da união de reparo, fornecendo ligação química adicional<sup>27</sup>, o que justifica os resultados do presente estudo. Estudos prévios corroboram com esses resultados<sup>34, 35</sup>, demonstrando que o adesivo universal, usado para reparo de compósitos envelhecidos, combina monômeros de metacrilóxidecil fosfato para adesão ao substrato não vítreo cerâmico e silano para adesão a superfícies vitrocerâmicas<sup>35</sup>. Esse fato pode ser explicado, pois o adesivo universal novo produz maiores resistências de união no reparo das resinas envelhecidas<sup>35</sup>. O 10-MDP é uma molécula bifuncional e apresenta uma estrutura anfifílica, com os grupos vinil e fosfato como as porções hidrofóbica e hidrofílica, respectivamente. Os grupos vinil podem copolimerizar com os monômeros do material à base de resina (grupo metacrilato)<sup>33,36</sup>. Além disso, o 10-MDP pode tornar a interface adesiva mais resistente à biodegradação, com os ésteres de fosfato se ligando diretamente aos grupos hidroxila da superfície de cerâmicas que não contém sílica, como a zircônia, aumentando a estabilidade hidrolítica da ligação mais do que silanos convencionais<sup>20,31</sup>.

Os agentes de ligação do tipo silano contém dois grupos funcionais diferentes que podem reagir e ligar vários materiais orgânicos e inorgânicos<sup>36</sup>. Esses materiais promovem a ligação química formando ligações de siloxano entre as partículas de carga que contém silicato expostas na superfície de reparo e a matriz de resina de uma camada de resina nova<sup>27</sup>. Os silanóis do primer de silano formam uma ponte direta de siloxano com as hidroxilas da superfície do vidro após a aplicação do pré-tratamento com silano. Assim, uma camada polimolecular de siloxano reticulada é produzida, formando uma rede polimérica interpenetrante com a resina composta<sup>28</sup>.

O silano pré-hidrolisado de frasco único é o primer silano mais utilizado em consultórios odontológicos<sup>20</sup>. No entanto, esse tipo de silano é mais instável e tem meia-vida

curta. Esse fato foi observado no presente estudo, em que o silano pré-hidrolisado após envelhecimento resultou em menores valores de união para os materiais testados. As condições de envelhecimento suave, limitadas apenas a um aumento de temperatura, tiveram efeito prejudicial na estabilidade do silanol e na vida útil, mesmo em frascos selados e fechados<sup>25</sup>. As condições de envelhecimento aceleraram a hidrólise, condensação e reações intermediárias, refletindo a sensibilidade do silano pré-hidrolisado às condições de armazenamento<sup>25</sup>.

Para o primer de silano de dois frascos, o processo de hidrólise é realizado imediatamente antes da utilização do produto<sup>20</sup>. Este primer contém silano não hidrolisado e é necessário ser ativado e hidrolisado por manipulação com uma solução aquosa de ácido acético que fica em outro frasco<sup>20</sup>. Assim, os silanos de hidrólise imediata são mais estáveis do que os silanos pré-hidrolisados. Este fato é devido ao uso imediato do silano logo após hidrólise, evitando que ocorra a reação de autocondensação, pois a qualidade da ligação do siloxano formada é determinada pela concentração da solução de silano e pelo protocolo de pré-tratamento da superfície (que determina o número de grupos hidroxila expostos)<sup>36</sup>.

A análise do modo de falha após o teste de microcisalhamento demonstrou maior número de falhas coesivas no substrato de resina composta quando os valores de resistência de união foram maiores. Observou-se um número ainda maior de falhas coesivas do substrato para o grupo tratado com silano de hidrólise imediata sem envelhecimento, demonstrando assim, a qualidade da união obtida com esse protocolo. Entretanto, as falhas coesivas dentro do compósito envelhecido podem ter sido influenciadas também pelo longo período de envelhecimento desse substrato, favorecendo esse tipo de fratura na estrutura aderente<sup>37</sup>.

A significância clínica deste estudo demonstrou que o tempo de armazenamento do silano com o frasco fechado influencia na adesão de reparos à restaurações de resina composta. Além disso, o adesivo universal contendo silano e monômeros de 10-MDP se mostrou adequado para a adesão de reparos à restaurações de resina composta contendo partículas de zircônia. Estudos futuros avaliando reparos em restaurações cerâmicas e em resinas compostas, empregando diferentes agentes silanos e adesivos universais em tempos de armazenamento distintos são recomendados.

## 5 CONCLUSÃO

Dentro dos limites deste estudo *in vitro*, foi possível concluir que não há diferença na resistência de união obtida em reparos de resina composta microhíbrida empregando tratamento de superfície com silano de hidrólise imediata, silano pré-hidrolisado ou adesivo universal utilizados imediatamente após a abertura dos frascos. Por outro lado, o adesivo universal resultou em melhor resistência de união após processo de envelhecimento comparado aos agentes de união do tipo silano. O silano pré-hidrolisado apresentou menor estabilidade hidrolítica que o silano de hidrólise imediata após o envelhecimento.

## 6 REFERÊNCIAS

1. Opdam NJ, van de Sande FH, Bronkhorst E, Cenci MS, Bottenberg P, Pallesen U, et al. Longevity of posterior composite restorations: a systematic review and meta-analysis. *J Dent Res.* 2014;93(10):943-9. <https://doi.org/10.1177/0022034514544217>
2. Demarco FF, Collares K, Coelho-de-Souza FH, Correa MB, Cenci MS, Moraes RR, et al. Anterior composite restorations: A systematic review on longterm survival and reasons for failure. *Dent Mater.* 2015;31(10):1214-24. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.07.005>
3. Estay J, Martin J, Viera V, Valdivieso J, Bersezio C, Vildosola P, et al. 12 Years of Repair of Amalgam and Composite Resins: A Clinical Study. *Oper Dent.* 2018;43(1):12-21. <https://doi.org/10.2341/16-313-C>.
4. Hickel R, Brushaver K, Ilie N. Repair of restorations--criteria for decision making and clinical recommendations. *Dent Mater.* 2013;29(1):28-50. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.07.006>
5. Gordan VV. Clinical evaluation of replacement of class V resin based composite restorations. *J Dent.* 2001;29(7):485-8. [https://doi.org/10.1016/s0300-5712\(01\)00030-6](https://doi.org/10.1016/s0300-5712(01)00030-6)
6. van de Sande FH, Moraes RR, Elias RV, Montagner AF, Rodolpho PA, Demarco FF, et al. Is composite repair suitable for anterior restorations? A longterm practice-based clinical study. *Clin Oral Investig.* 2019;23(6):2795-803. <https://doi.org/10.1007/s00784-018-2722-5>
7. Javidi H, Tickle M, Aggarwal VR. Repair vs replacement of failed restorations in general dental practice: factors influencing treatment choices and outcomes. *Br Dent J.* 2015;218(1):E2. <https://doi.org/10.1038/sj.bdj.2014.1165>
8. Blum IR, Lynch CD, Wilson NH. Factors influencing repair of dental restorations with resin composite. *Clin Cosmet Investig Dent.* 2014;6:81-7. <https://doi.org/10.2147/CCIDE.S53461>
9. Mendes LT, Loomans BAC, Opdam NJM, Silva CLD, Casagrande L, Lenzi TL. Silane Coupling Agents are Beneficial for Resin Composite Repair: A Systematic Review and Meta-Analysis of In Vitro Studies. *J Adhes Dent.* 2020;22(5):443-53. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a45175>
10. Cuevas-Suarez CE, Nakanishi L, Isolan CP, Ribeiro JS, Moreira AG, Piva E. Repair bond strength of bulk-fill resin composite: Effect of different adhesive protocols. *Dent Mater J.* 2020;39(2):236-41. <https://doi.org/10.4012/dmj.2018-291>

11. Pilo R, Brosh T, Geron V, Levartovsky S, Eliades G. Effect of Silane Reaction Time on the Repair of a Nanofilled Composite Using Tribochemical Treatment. *J Adhes Dent.* 2016;18(2):125-34. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a35907>
12. Aquino C, Mathias C, Barreto SC, Cavalcanti AN, Marchi GM, Mathias P. Repair Bond Strength and Leakage of Non-Aged and Aged Bulk-fill Composite. *Oral Health Prev Dent.* 2020;18(1):783-91. <https://doi.org/10.3290/j.ohpd.a45082>
13. Valente LL, Silva MF, Fonseca AS, Munchow EA, Isolan CP, Moraes RR. Effect of Diamond Bur Grit Size on Composite Repair. *J Adhes Dent.* 2015;17(3):257-63. <https://doi.org/10.3290/j.jad.a34398>
14. Sismanoglu S. Efficiency of self-adhering flowable resin composite and different surface treatments in composite repair using a universal adhesive. *Niger J Clin Pract.* 2019;22(12):1675-9. [https://doi.org/10.4103/njcp.njcp\\_233\\_19](https://doi.org/10.4103/njcp.njcp_233_19)
15. Wendler M, Belli R, Panzer R, Skibbe D, Petschelt A, Lohbauer U. Repair Bond Strength of Aged Resin Composite after Different Surface and Bonding Treatments. *Materials (Basel).* 2016;9(7). <https://doi.org/10.3390/ma9070547>
16. Fdi World Dental F. Repair of restorations: Adopted by the General Assembly: September 2019, San Francisco, United States of America. *Int Dent J.* 2020;70(1):7-8. <https://doi.org/0.1111/idj.12552>
17. Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. *Dent Mater.* 1993;9(4):218-21. [https://doi.org/10.1016/0109-5641\(93\)90064-w](https://doi.org/10.1016/0109-5641(93)90064-w)
18. Souza MO, Leitune VC, Rodrigues SB, Samuel SM, Collares FM. Oneyear aging effects on microtensile bond strengths of composite and repairs with different surface treatments. *Braz Oral Res.* 2017;31:e4. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2013.05.011>
19. Staxrud F, Dahl JE. Silanising agents promote resin-composite repair. *Int Dent J.* 2015;65(6):311-5. <https://doi.org/10.1111/idj.12188>
20. Matinlinna JP, Lung CYK, Tsoi JKH. Silane adhesion mechanism in dental applications and surface treatments: A review. *Dent Mater.* 2018;34(1):13-28. <https://doi.org/0.1016/j.dental.2017.09.002>
21. 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;34(8):622-30. <https://doi.org/10.1111/j.1365-2842.2005.01569.x>
22. 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;32(10):1218-25. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.07.002>

23. Makishi P, Andre CB, Silva JL, Bacelar-Sa R, Correr-Sobrinho L, Giannini M. Effect of Storage Time on Bond Strength Performance of Multimode Adhesives to Indirect Resin Composite and Lithium Disilicate Glass Ceramic. *Oper Dent.* 2016;41(5):541-51. . <https://doi.org/10.2341/15-187-L>
24. Flury S, Dulla FA, Peutzfeldt A. Repair bond strength of resin composite to restorative materials after short- and long-term storage. *Dent Mater.* 2019;35(9):1205-13. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.05.008>
25. Dimitriadi M, Panagiotopoulou A, Pelecanou M, Yannakopoulou K, Eliades G. Stability and reactivity of gamma-MuPTMS silane in some commercial primer and adhesive formulations. *Dent Mater.* 2018;34(8):1089-101. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2018.05.006>
26. Costa C, Albuquerque N, Mendonca JS, Loguercio AD, Saboia V, Santiago SL. Catechin-based Dentin Pretreatment and the Clinical Performance of a Universal Adhesive: A Two-year Randomized Clinical Trial. *Oper Dent.* 2020;45(5):473-83. <https://doi.org/10.2341/19-088-C>
27. Silva CLD, Scherer MM, Mendes LT, Casagrande L, Leitune VCB, Lenzi TL. Does use of silane-containing universal adhesive eliminate the need for silane application in direct composite repair? *Braz Oral Res.* 2020;34:e045. <https://doi.org/10.1590/1807-3107bor-2020.vol34.0045>
28. Yao C, Yang H, Yu J, Zhang L, Zhu Y, Huang C. High Bond Durability of Universal Adhesives on Glass Ceramics Facilitated by Silane Pretreatment. *Oper Dent.* 2018;43(6):602-12. <https://doi.org/10.2341/17-227-L>
29. Murillo-Gomez F, Wanderley RB, De Goes MF. Impact of Silanecontaining Universal Adhesive on the Biaxial Flexural Strength of a Resin Cement/Glass-ceramic System. *Oper Dent.* 2019;44(2):200-9. <https://doi.org/10.2341/17-356-L>
30. Dimitriadi M, Zafiropoulou M, Zinelis S, Silikas N, Eliades G. Silane reactivity and resin bond strength to lithium disilicate ceramic surfaces. *Dent Mater.* 2019;35(8):1082-94. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2019.05.002>
31. Fornazari IA, Wille I, Meda EM, Brum RT, Souza EM. Effect of Surface Treatment, Silane, and Universal Adhesive on Microshear Bond Strength of Nanofilled Composite Repairs. *Oper Dent.* 2017;42(4):367-74. <https://doi.org/10.2341/16-259-L>
32. Gutierrez MF, Perdigo 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;45(5):516-27. <https://doi.org/10.2341/18-093-L>
33. Arpa C, Ceballos L, Fuentes MV, Perdigao J. Repair bond strength and nanoleakage of artificially aged CAD-CAM composite resin. *J Prosthet Dent.* 2019;121(3):523-30. <https://doi.org/10.1016/j.prosdent.2018.05.013>
34. Verissimo AH, Duarte Moura DM, de Oliveira Dal Piva AM, Bottino MA, de Fatima Dantas de Almeida L, da Fonte Porto Carreiro A, et al. Effect of different repair methods on the bond strength of resin composite to CAD/CAM materials and microorganisms adhesion: An in situ study. *J Dent.* 2020;93:103266. <https://doi.org/10.1016/j.jdent.2019.103266>
35. Tantbirojn D, Fernando C, Versluis A. Failure Strengths of Composite Additions and Repairs. *Oper Dent.* 2015;40(4):364-71. <https://doi.org/10.2341/14-042-L>
36. Garboza CS, Berger SB, Guiraldo RD, Fugolin AP, Gonini-Junior A, Moura SK, et al. Influence of Surface Treatments and Adhesive Systems on Lithium Disilicate Microshear Bond Strength. *Braz Dent J.* 2016;27(4):458-62. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201600624>
37. Ayres A, Hirata R, Fronza BM, Lopes BB, Ambrosano G, Giannini M. Effect of Argon Plasma Surface Treatment on Bond Strength of Resin Composite Repair. *Oper Dent.* 2019;44(2):E75-E82. <https://doi.org/10.2341/18-050-L>
38. Robbins JW. Intraoral repair of the fractured porcelain restoration. *Operative Dentistry.* 1998 Jul-Aug;23(4):203-207.
39. Lung CY, Matinlinna JP. Aspects of silane coupling agents and surface conditioning in dentistry: an overview. *Dent Mater.* 2012 May; 28(5):467-77. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2012.02.009>