

# **INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA POR MICROTRAÇÃO DE UM SISTEMA ADESIVO DE BAIXO CUSTO APÓS ENVELHECIMENTO**

Trabalho submetido por  
**Catarina Filipe Moreno Carreiras**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

**setembro de 2025**



# **INSTITUTO UNIVERSITÁRIO EGAS MONIZ**

## **MESTRADO INTEGRADO EM MEDICINA DENTÁRIA**

### **RESISTÊNCIA ADESIVA À DENTINA POR MICROTRAÇÃO DE UM SISTEMA ADESIVO DE BAIXO CUSTO APÓS ENVELHECIMENTO**

Trabalho submetido por  
**Catarina Filipe Moreno Carreiras**  
para a obtenção do grau de Mestre em Medicina Dentária

Trabalho orientado por  
**Prof. Doutor Pedro de Melo e Moura**

e coorientado por  
**Prof.<sup>a</sup> Doutora Joana Costa**

**setembro de 2025**



## **Dedicatória**

*Aos meus pais, cuja força se tornou a minha.*



## **Agradecimentos**

Ao Prof. Doutor Pedro de Melo e Moura por me ter aceitado como sua orientanda e pelo apoio que me deu, mesmo estando longe, nunca fez sentir como se não estivesse por perto.

À Prof. Doutora Joana Costa por todo o apoio, paciência e disponibilidade, esteve sempre ao alcance de uma mensagem com as respostas mais assertivas. Grata por tudo.

À Egas Moniz, por ter sido casa durante 8 anos e me ter visto realizar 2 cursos com sucesso, será sempre a minha primeira escolha. Pelas condições que me proporcionou, pelos amigos que me deu, pelos professores que sempre zelaram pelo melhor e por todas as boas recordações que me deixa.

À minha mãe e ao meu pai, a quem dedico todo o meu percurso. Nunca me deixaram cair, nunca alimentaram derrotismos e sempre me transmitiram a maior força, todos os dias. Ao meu irmão, à Carina e não menos importante, ao meu sobrinho. Um obrigado nunca será suficiente.

Ao Rafael, por todo o carinho, amizade e por cada desafio superado lado a lado. Temo que o ‘para sempre’ seja pouco para nós.

À minha amiga Ufa, e parceira de box, por tudo o que passámos e ultrapassámos juntas, sem nunca nos deixarmos para trás, é um orgulho imenso todo o nosso percurso e tantos anos de amizade. Continuaremos a caminhar juntas.

Às minhas amigas de sempre, Joana Cruz e Joana Valadão, pelo apoio incondicional, por celebrarem as minhas conquistas como se fossem delas. Com elas, o tempo não se sente.

À Catarina, Lena, Raquel e Beatriz por terem estado sempre do meu lado, em especial nos momentos menos bons, pelo vosso bom coração, apoio e amizade que têm por mim, carregando-vos no coração.







## Resumo

**Objetivos:** Avaliar a resistência adesiva à dentina, através do teste de microtração, utilizando um adesivo *self-etch* de baixo custo (OliEtch Bond, Olident) em comparação com um adesivo universal (Scotchbond™ Universal® Plus) após envelhecimento térmico.

**Materiais e Métodos:** Vinte molares definitivos hígidos humanos, previamente preparados, foram distribuídos aleatoriamente em dois grupos experimentais ( $n = 10$ ): Grupo SBU (controlo) - Scotchbond™ Universal® Plus e Grupo OEB (experimental) – OliEtch Bond. Inicialmente foram realizados cortes para expor a dentina superficial e, de seguida, simulou-se a *smear layer* para posterior aplicação do sistema adesivo e da resina composta, de acordo com o protocolo de cada grupo experimental. Os dentes previamente restaurados foram submetidos a 10 000 ciclos de termociclagem e seccionados em palitos de 1 mm<sup>2</sup>, sendo submetidos ao ensaio de microtração numa máquina de testes universal (1 kN; 0,5 mm/min). Foram observadas as superfícies de fratura num estereomicroscópio e registado o tipo de falha. Os dados foram analisados estatisticamente com os testes Mann-Whitney ( $\alpha = 0,05$ ). Um palito por grupo foi selecionado aleatoriamente para observação no MEV.

**Resultados:** Verificaram-se diferenças estatisticamente significativas ( $p = 0,023$ ) entre os dois grupos, com o Scotchbond™ Universal Plus a apresentar valores de  $\mu$ TBS superiores e mais consistentes quando comparado com o OliEtch Bond. A maioria das falhas registadas em ambos os grupos foi de natureza adesiva. As imagens obtidas por MEV demonstraram uma camada híbrida contínua e homogénea em ambos os grupos experimentais, sem diferenças morfológicas marcantes.

**Conclusões:** A resistência adesiva à dentina foi significativamente superior com o Scotchbond™ Universal Plus em comparação com o OliEtch Bond após envelhecimento térmico.

**Palavras-chave:** Adesão, resistência adesiva, adesivo universal e microtração.



## **Abstract**

**Objectives:** Evaluate the adhesive strength to dentin, through the microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) test, using a low-cost self-etch adhesive (OliEtch Bond, Olident) compared with a universal adhesive (Scotchbond™ Universal® Plus) after thermal aging.

**Materials and methods:** Twenty sound human permanent molars, previously prepared, were randomly assigned to two experimental groups ( $n = 10$ ): SBU group (control) – Scotchbond™ Universal® Plus and OEB group (experimental) – OliEtch Bond. Superficial dentin was exposed and a smear layer was simulated prior to the application of the adhesive system and composite resin, according to the protocol of each group. Restored teeth were subjected to 10,000 thermocycling cycles and sectioned into sticks with a cross-sectional area of 1 mm<sup>2</sup>, which were tested in microtensile bond strength using a universal testing machine (1 kN; 0.5 mm/min). Fracture surfaces were examined under a stereomicroscope and the failure mode was recorded. Data were statistically analyzed using the Mann-Whitney test ( $\alpha = 0.05$ ). One stick per group was randomly selected for observation under SEM.

**Results:** Statistically significant differences ( $p = 0,023$ ) were observed between the two groups, with Scotchbond™ Universal Plus showing higher and more consistent  $\mu$ TBS values compared to OliEtch Bond. Most failures in both groups were adhesive in nature. SEM images revealed a continuous and homogeneous hybrid layer in both experimental groups, without marked morphological differences.

**Conclusions:** Adhesive strength to dentin was significantly higher with Scotchbond™ Universal Plus compared to OliEtch Bond after thermal aging.

**Keywords:** Adhesion, adhesive strength, universal adhesive and microtraction.



## ÍNDICE

I. INTRODUÇÃO .....	13
1. ESTADO DE ARTE.....	13
1.1 CONSTITUIÇÃO DO DENTE .....	13
1.1.1 Esmalte.....	13
1.1.2 Dentina .....	13
1.2 ADESÃO .....	14
1.2.1. Adesão ao esmalte.....	14
1.2.2. Adesão à dentina .....	14
1.3. CAMADA HÍBRIDA.....	15
1.4. SISTEMAS ADESIVOS .....	15
1.4.1. Etch-and-rinse .....	16
1.4.2. Self-Etch.....	17
1.4.3. Universais ou multimodo .....	17
1.5. ESTRATÉGIAS ADESIVAS.....	18
1.5.1. Selective Enamel Etching.....	18
1.5.2. Selective Dentin Etching.....	18
1.6. ENVELHECIMENTO TÉRMICO .....	19
1.7. AVALIAÇÃO DA INTERFACE IN VITRO .....	19
1.7.1. Norma de orientação da Academy of Dental Materials (ADM).....	20
1.7.2. Resistência à microtração ( $\mu$ TBS).....	20
1.7.3. Microscópio eletrônico de varrimento (MEV).....	20
2. ENQUADRAMENTO.....	21
II. OBJETIVOS .....	13
III. MATERIAIS E MÉTODOS.....	15
1. AMOSTRA DE ESTUDO.....	15
2. MATERIAIS .....	16
3. MÉTODOS.....	17
3.1. PREPARAÇÃO DA AMOSTRA.....	17
3.1.1. Corte dos dentes e exposição dentinária .....	17
3.1.2 Aplicação do Scotchbond <sup>TM</sup> Universal® Plus e OliEtch Bond .....	19

3.1.3 Restauração com resina composta.....	21
3.1.4 Envelhecimento das amostras .....	23
3.1.5 Corte dos dentes em palitos.....	24
3.2. $\mu$ TBS.....	24
3.2.1. Tipos de falhas .....	26
3.3 PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA O MEV .....	27
3.4 OBSERVAÇÃO.....	30
4. DIAGRAMA EXPERIMENTAL.....	31
5. ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	32
IV. RESULTADOS .....	43
1. $\mu$ TBS.....	43
2. TIPO DE FALHA.....	44
3. MEV .....	45
V. DISCUSSÃO .....	51
VI. CONCLUSÕES.....	57
VII. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	59
VIII. ANEXOS	

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1- Diagrama das estratégias adesivas segundo os três tipos de sistemas adesivos (adaptado de Sezinando, 2014).....	16
Figura 2- Molar definitivo hígido selecionado para a investigação .....	15
Figura 3 - a) Ácido ortofosfórico; b) Adesivo Scotchbond™ Universal®; c) Adesivo OliEtch Bond; d) Resina composta Filtek Z250 de cor A3.....	16
Figura 4 - a) Dente delimitado com caneta de acetato azul para realização dos dois cortes perpendiculares ao longo eixo do dente; b) Micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca); c) Corte da porção oclusal do dente sobre a linha previamente traçada.....	18
Figura 5 - Preenchimento da câmara pulpar com cola cianoacrilato.....	18
Figura 6 – a) Máquina polidora (LaboPol-4, Stuers, A/S, Ballerup, Dinamarca); b) Simulação da smear layer com aplicação de pressão digital no dente sobre o disco de lixa de carbetto de silício (Sic) de grão 600. ....	19
Figura 7 - a) Aplicação do adesivo OliEtch Bond com auxílio de um microbrush; b) Fotopolimerização do adesivo selecionado. ....	21
Figura 8 - a) Incremento de resina composta aplicado na superfície dentária com auxílio de um brunidor esférico; b) Fotopolimerização do incremento de resina composta; c) Tira de acetato na extremidade do fotopolimerizador; d) Aplicação de glicerina no último incremento .....	22
Figura 9 - Fotopolimerizador (COXO DB686, Froshan COXO Medical Instruments). 23	
Figura 10 - Equipamento de termociclagem (JULABO GmbH, Seelbach, Alemanha). 23	
Figura 11 - a) Fotografia do dente cortado segundo o eixo do x; b) Fotografia do dente cortado segundo o eixo do y.....	24
Figura 12 - a) Palito colocado num jig de aço inoxidável e montado na máquina de testes universais; b) Máquina de testes universais (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japão). ....	25
Figura 13 - Gráfico representativo dos valores da microtração de um palito com adesivo Scotchbond™ Universal® Plus na máquina de teste universal. ....	25
Figura 14 - a) Craveira digital (Toolland, 3472B, Halbe Wiersemaweg, Países Baixos); b) Medição da interface adesiva com recurso a uma craveira digital.....	26
Figura 15 - Microscópio ótico Leica ATC 2000 (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha). ....	27

Figura 16 - Ilustração representativa dos tipos de falhas possíveis.....	27
Figura 17 - Palitos em solução com reagente hexametildisilano.....	28
Figura 18 - Palitos sobre a fita adesiva de cobre no disco de alumínio.....	29
Figura 19 - a) Sputter coater (JEOL, JEE-400, Vacuum Evaporator, Tóquio, Japão); b) Palitos no disco de alumínio após metalização. ....	29
Figura 20 - a) MEV (JEOL, JSM-5400, Tokyo, Japão); b) Software de captação de imagem do MEV (Bruker Espirit Compact).....	30
Figura 21 - Diagrama experimental do procedimento laboratorial. (1) Preparação dos dentes de acordo com o protocolo e posterior envelhecimento térmico; (2) Corte dos dentes em palitos para: A) Ensaio de $\mu$ TBS; B) Classificação das falhas após $\mu$ TBS através da observação dos palitos em microscópio estereoscópico; (3) Avaliar a interface adesiva através da observação dos palitos em MEV. ....	31
Figura 22 - Boxplot da resistência adesiva à microtração (MPa) após 10 000 ciclos de termociclagem nos dois grupos experimentais (n=10). ....	44
Figura 23 - Falhas registadas no teste de $\mu$ TBS (Mpa) nos dois grupos experimentais (n = 10), com valores numéricos e percentuais.....	45
Figura 24 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo SBU, com ampliação de 3500x. R - resina; RT- resin tags; T - túbulos dentinários.....	46
Figura 25 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo OEB com ampliação de 350x. ....	47
Figura 26 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo OEB com ampliação de 1000x. ....	48
Figura 27 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo SBU com ampliação de 350x. ....	49
Figura 28 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo SBU com ampliação de 1000x. ....	50

## ÍNDICE DE TABELAS

Tabela 1 - Materiais utilizados durante a investigação.....	17
Tabela 2 - Protocolo experimental dos dois grupos experimentais (n = 10): SBU e OEB. .....	20
Tabela 3 - Estatística descritiva da $\mu$ TBS (Mpa) dos dois grupos experimentais: SBU e OEB (n = 10). .....	43



## LISTA DE ABREVIATURAS

- 4-META** - 4-(2-metacriloxietil)-anidrido trimelítico
- 10-MDP** - 10-metacrilóiloxidecil dihidrogenofosfato
- ADM** - *Academy of Dental Material*
- Bis-EMA** - Bisfenol hidroxietil metacrilato
- Bis-GMA** - Bisfenol-A glicidil metacrilato
- DP** – Desvio Padrão
- ER** – *Etch-and-rinse*
- FPT** - Falha Pré-Teste
- HEMA** - 2-hidroxietil metacrilato
- MEV** - Microscópio Eletrónico de Varrimento
- MMPs** - Metaloproteinases
- OEB** – OliEtch Bond
- SBU** – ScotchBond Universal
- SDE** - *Selective dentin etching*
- SE** - *Self-etch*
- SEE** - *Selective enamel etching*
- TEGDMA** - Tretileno glicol dimetacrilato
- TPO** - óxido de difenil(2,4,6-trimetilbenzóil) fosfina
- UDMA** - Dimetacrilato de uretano
- μTBS** - *Microtensile Bond Strength*



## **I. INTRODUÇÃO**

### **1. Estado de arte**

#### **1.1 Constituição do dente**

O dente apresenta na sua constituição uma espessa camada de dentina envolta em esmalte na sua porção coronária, sendo esta última uma camada protetora altamente mineralizada (Goldberg et al., 2011).

##### **1.1.1 Esmalte**

O esmalte dentário é um tecido que, na sua constituição, é maioritariamente mineralizado apresentando cerca de 96% do seu peso. O seu principal componente é a hidroxiapatite contendo carbonato na sua estrutura. Esta composição confere-lhe uma grande resistência ao desgaste e à fratura (Wright, 2023).

A formação do esmalte dentário é um processo biológico conhecido por amelogénese, sendo esta dividida em quatro fases distintas: pré-secretora, secretora, transição e maturação. A amelogénese envolve células especializadas denominadas de ameloblastos e a secreção sequencial de proteínas e proteinases na matriz do esmalte. (Bartlett, 2013). Os ameloblastos morrem logo após a formação dos cristais de hidroxiapatite, tornando o esmalte um tecido acelular e avascular não tendo a capacidade inerente de se reparar ou regenerar por si próprio (Malcangi et al., 2023).

##### **1.1.2 Dentina**

A dentina possui uma estrutura complexa e é o principal tecido mineralizado do dente, constituindo assim a sua maior parte. Na sua composição a dentina constitui aproximadamente 70% de mineral, 20% de matriz orgânica e 10% de água, em peso (Goldberg et al., 2011).

Morfologicamente, caracteriza-se pela presença de uma rede de túbulos dentinários, que se estendem da polpa até à junção amelodentinária. Estes túbulos, que variam em diâmetro e em densidade, contêm processos odontoblásticos e são permeados por fluido pulpar sob pressão constante, tornando a dentina um substrato intrinsecamente húmido. Ao contrário do esmalte, os cristais de hidroxiapatite da dentina são menores e

dispostos num padrão cruzado, o que, juntamente com a sua composição orgânica e húmida, torna a adesão eficaz e duradoura. A interação dos adesivos com esta morfologia envolve a criação de uma camada híbrida e a infiltração de monómeros nos túbulos, sendo que a humidade excessiva ou insuficiente, e a presença de *smear layer*, podem comprometer a qualidade da adesão e a durabilidade da interface resina-dentina (Perdigão, 2020).

## 1.2 Adesão

A adesão é entendida como a capacidade de um sistema adesivo dentário estabelecer uma ligação eficaz entre materiais restauradores e o esmalte ou dentina sendo um fator crucial para o sucesso e longevidade das restaurações diretas em compósito (Perdigão, 2020; Wiegand et al., 2021).

Os agentes adesivos incluem monómeros reativos, tanto hidrofílicos como hidrofóbicos, iniciadores de polimerização e solventes, incluindo água (Perdigão et al., 2014).

### 1.2.1. Adesão ao esmalte

A adesão ao esmalte assenta, classicamente, no condicionamento ácido com ácido ortofosfórico. Este marco histórico foi estabelecido por Buonocore, que demonstrou em 1955 o aumento da retenção de resinas em esmalte condicionado com ácido ortofosfórico (Buonocore, 1955). A adesão ao esmalte é um processo multifacetado que se baseia primariamente na criação de uma ligação micromecânica entre o sistema adesivo e a superfície dentária (Tichý et al., 2023). Esta adesão é considerada fiável sendo alcançada através do entrelaçamento micromecânico de *resin tags* nas microporosidades criadas pelo ataque ácido, o que permite selar eficazmente as margens da restauração contra infiltrações (Perdigão, 2020).

### 1.2.2. Adesão à dentina

A adesão à dentina apresenta desafios devido à sua estrutura biológica mais complexa e húmida, composta por 55% de matéria orgânica e água, e sendo intrinsecamente mais macia e menos mineralizada do que o esmalte. O processo de adesão baseia-se na desmineralização parcial ou total da dentina intertubular e consequente

infiltração de agentes adesivos que envolvem a matriz de colagénio exposta, formando a camada híbrida e *resin tags* (Alkattan, 2023).

### 1.3. Camada Híbrida

A camada híbrida consiste numa zona de dentina desmineralizada cujo colagénio foi infiltrado por resina adesiva monomérica que, após polimerização, forma um compósito micromecânico entre o tecido dentário e o material restaurador (Betancourt et al., 2019; Nakabayashi, 1992). Esta zona permite que a resina se agarre à rede colagénica, criando uma união que combina propriedades do dente e da resina (Nakabayashi, 1992). A formação eficaz desta camada é essencial para garantir retenção, selagem e resistência de restaurações diretas ou indiretas (Betancourt et al., 2019).

A qualidade e durabilidade da camada híbrida dependem da profundidade de infiltração da resina versus a extensão da desmineralização e da remoção adequada da água residual (Betancourt et al., 2019; Mokeem et al., 2024). Para ser considerada ideal, uma camada híbrida deve apresentar infiltração completa do colagénio desmineralizado, sem zonas expostas vulneráveis à hidrólise ou à ação de metaloproteinasas (Mokeem et al., 2024; Nakabayashi, 1992). O equilíbrio entre desmineralização controlada, penetração eficiente dos monómeros e remoção de água — preservando o colagénio expandido — é determinante para alcançar esta solução estável e duradoura (Mokeem et al., 2024).

### 1.4. Sistemas adesivos

Os sistemas adesivos aplicados na superfície dentária são compostos por três componentes: ácido ortofosfórico a 35-37%, *primer* e adesivo (Naumova et al., 2016).

O ácido ortofosfórico desempenha um papel fundamental nos sistemas adesivos dentários, especialmente no que diz respeito ao pré-tratamento das superfícies dentárias. A sua principal função é a de promover a desmineralização do esmalte e da dentina antes da infiltração dos monómeros de resina (Beltrami et al., 2016).

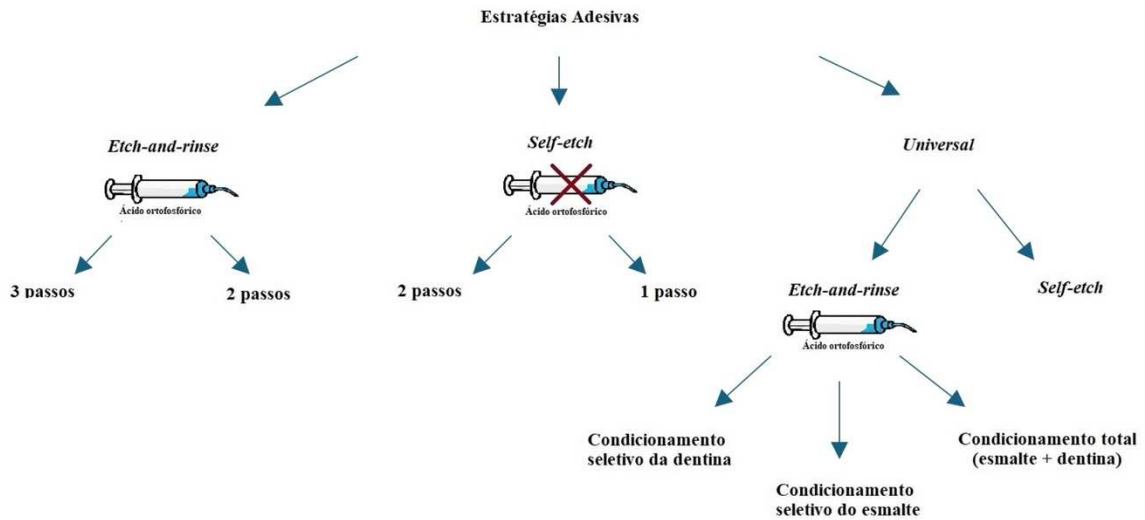


Figura 1- Diagrama das estratégias adesivas segundo os três tipos de sistemas adesivos (adaptado de Sezinando, 2014).

#### 1.4.1. *Etch-and-rinse*

O sistema adesivo *etch-and-rinse*, também referido como *total-etch*, é uma técnica de adesão dentária amplamente utilizada que se baseia na aplicação de ácido ortofosfórico (tipicamente entre 30-40 %) para desmineralizar a superfície do esmalte e da dentina, removendo a *smear layer* e expondo a rede de colagénio e os túbulos dentinários (Pashley et al., 2011; Stefanova & Wenning, 2023). Esta desmineralização permite que os *primers* e as resinas adesivas penetrem no colagénio exposto e formem uma camada híbrida sólida, característica essencial para a microretenção e estabilidade da adesão (Pashley et al., 2011). O sistema pode ser implementado em três passos, ácido, *primer* e adesivo, ou em dois passos, quando o *primer* e o adesivo são combinados num único produto (Ozer & Blatz, 2013; Stefanova & Wenning, 2023).

Quando em três passos, cada passo desempenha funções específicas que contribuem para a adesão durável: a aplicação de ácido ortofosfórico (32–37 %) facilita não só a desmineralização, mas também pode eliminar bactérias residuais e inibir as metaloproteinases (MMPs); o *primer*, geralmente à base de HEMA e água, reexpande o colagénio colapsado e facilita a infiltração dos monómeros, podendo ainda incorporar agentes terapêuticos como inibidores enzimáticos; o adesivo é, geralmente, sem solvente e mais hidrofóbico, selando a interface resina–dentina e protegendo o *primer* da absorção de água (Pashley et al., 2011; Stefanova & Wenning, 2023). Quando em dois passos, esta

simplificação combina *primer* e adesivo num único agente, facilitando o protocolo clínico, embora isso possa comprometer a durabilidade devido à maior concentração de monómeros hidrofílicos e à possível degradação por humidade (Stefanova & Wenning, 2023).

#### 1.4.2. *Self-Etch*

Os sistemas adesivos *self-etch* representam uma abordagem simplificada no campo da adesão ao combinarem numa única aplicação os passos de condicionamento, *primer* e adesivo. Esta integração reduz o tempo clínico e a sensibilidade da técnica, sendo especialmente valorizada na prática quotidiana. Estes adesivos formam, além da microretenção, uma zona resistente ácido-base (*acid-base resistant zone*) na interface esmalte/dentina, criando uma barreira adicional contra a degradação (Giannini et al., 2015).

À semelhança do sistema *etch-and-rinse*, também o *self-etch* pode ser aplicado consoante o número de passos. Os sistemas *self-etch* dividem-se em *one-step* (também chamados "tudo-em-um") e *two-step*, que separam o *primer* do adesivo (Yazici et al., 2012).

#### 1.4.3. Universais ou multimodo

Os adesivos universais (ou multimodo) surgiram como resposta à necessidade de simplificar e unificar os procedimentos adesivos na clínica dentária, reduzindo sensibilidade da técnica e tempo de aplicação. Em vez de usar produtos diferentes para *etch-and-rinse*, *self-etch* ou *selective-etch*, os adesivos universais permitem todos estes modos com um único frasco, conferindo flexibilidade e praticidade ao clínico (Sofan et al., 2017). Esta adaptabilidade justifica o seu apelido “universal” - são compatíveis com múltiplas estratégias e com diversos substratos, incluindo esmalte, dentina, cerâmica, zircónia, metais e compósitos sem necessidade de *primers* adicionais (Arandi, 2023).

Quimicamente, a presença de monómeros funcionais, em especial o 10-MDP (10-metacriloxiidodecil dihidrogenofosfato), é determinante para o sucesso destes sistemas. O 10-MDP forma ligações iónicas estáveis com a hidroxiapatite, promovendo a formação de sais MDP-Ca e um fenómeno de “*nano-layering*” na interface adesiva, o que reforça a durabilidade da adesão além da simples microretenção (Elkaffas et al., 2018).

## 1.5. Estratégias Adesivas

As estratégias adesivas atuais organizam-se sobretudo em três abordagens: *etch-and-rinse* (ER, condicionamento total), *self-etch* (SE, auto-condicionante) e *selective enamel etching* (SEE), às quais se juntam os adesivos universais/*multimode*, que permitem optar entre ER, SE ou SEE com o mesmo produto. Na estratégia ER, o ácido ortofosfórico remove a *smear layer* e expõe colagénio para formação da camada híbrida; na SE, ácidos funcionais modificam/incorporam a *smear layer*, desmineralizando superficialmente dentina e esmalte. Esta classificação, baseada na interação com a *smear layer* e no número de passos, é hoje preferível à nomenclatura por “gerações” (Arandi, 2023; Saikaew et al., 2022; Sofan et al., 2017).

### 1.5.1. *Selective Enamel Etching*

A técnica *Selective Enamel Etching* (SEE) consiste na aplicação de ácido ortofosfórico apenas no esmalte, excluindo a dentina adjacente (Koup & Blatz, 2024). Esta técnica visa superar a capacidade inadequada de condicionamento do esmalte por adesivos *self-etch* (SE) e universais, que resultam num padrão de condicionamento superficial e pouco definido no esmalte. O condicionamento do esmalte com ácido ortofosfórico é considerado o padrão ouro para a adesão de materiais resinosos à estrutura dentária, criando interligações micromecânicas fiáveis. Ao condicionar seletivamente o esmalte, melhora-se a ligação micromecânica na margem do esmalte, enquanto a dentina não condicionada permite a ligação química de monómeros funcionais, como o 10-MDP, ao cálcio da hidroxiapatite através de uma estrutura nanolaminada, que é crucial para a durabilidade da restauração (Perdigão, 2020).

Como resumido por Koup e Blatz, “a técnica consiste em aplicar ácido ortofosfórico nas superfícies de esmalte, evitando tratar a dentina, como estratégia para otimizar resultados com adesivos auto-condicionantes” (Koup & Blatz, 2024).

### 1.5.2. *Selective Dentin Etching*

A técnica de *Selective Dentin Etching* (SDE) consiste na aplicação muito breve de ácido ortofosfórico, durante cerca de 3 segundos, sobre a dentina antes da aplicação de um adesivo universal em modo *self-etch*. O objetivo é desmineralizar levemente a dentina

para melhorar a infiltração do adesivo sem “sobre-*etching*”, preservando o colagénio e os cristais de hidroxiapatita essenciais para a adesão química (Stape et al., 2018).

### **1.6. Envelhecimento térmico**

A durabilidade e o desempenho a longo prazo das restaurações dentárias são aspetos críticos na prática clínica (Yousef & Khoja, 2009). As restaurações dentárias são significativamente influenciadas pela resistência à degradação da interface entre o sistema adesivo e os tecidos dentários. Embora o ambiente oral seja o teste final para prever o comportamento das restaurações, devido à sua complexidade e diversidade de condições, os modelos *in vitro* são essenciais para fornecer informações cruciais sobre os mecanismos fundamentais da degradação da união resina-dente. Estes métodos permitem simular o envelhecimento das restaurações e prever a sua durabilidade a longo prazo (Amaral et al., 2007).

Entre os métodos de envelhecimento *in vitro* mais relevantes destaca-se também a termociclagem – método utilizado nesta investigação.

A termociclagem constitui um método *in vitro* comumente usado para simular as alterações térmicas que ocorrem na cavidade oral, resultantes da ingestão de alimentos e líquidos, bem como da respiração. Este tipo de teste induz tensões repetitivas de contração e expansão na interface dente-resina, devido à diferença nos coeficientes de contração/expansão térmica dos materiais restauradores, o que pode levar à propagação de fissuras e à formação de folgas ao longo da interface adesiva (Amaral et al., 2007).

### **1.7. Avaliação da interface *in vitro***

Os ensaios *in vitro* funcionam como uma ferramenta essencial para avaliar a resistência de união. Acontece que, na literatura, existe uma grande variabilidade nos métodos e nos resultados, muitas vezes porque os estudos não incluem informações críticas, o que complica muito a sua reprodução ou comparação. Para colmatar esta situação, a *Academy of Dental Materials* (ADM) estabeleceu diretrizes para padronizar o que deve ser controlado, focando-se nas variáveis essenciais que impactam estes testes. No fundo, a documentação rigorosa e consistente de todos os detalhes é crucial para que os resultados possam ser comparados de forma fiável e, mais importante, para prever a eficácia clínica dos materiais adesivos (Roeder et al., 2011).

### **1.7.1. Norma de orientação da Academy of Dental Materials (ADM)**

Atualmente, a diretriz da Academy of Dental Materials (ADM) define um protocolo padronizado para a realização dos ensaios de microtração, assegurando maior uniformidade e reprodutibilidade neste método de investigação. Esta norma, publicada em 2017 por Armstrong e colegas, veio atualizar e substituir as orientações previamente estabelecidas pela ISO/TS 11405:2015 (Armstrong et al., 2017; ISO 11405, 2015).

### **1.7.2. Resistência à microtração ( $\mu$ TBS)**

Os testes de  $\mu$ TBS tornaram-se um padrão laboratorial para avaliar a adesão resina–tecido duro (esmalte/dentina) porque permitem medir a força de ligação numa área muito pequena ( $\approx 0,5\text{--}1,0\text{ mm}^2$ ), obtendo vários espécimes de um mesmo dente e reduzindo falhas coesivas do substrato que enviesam outros ensaios (por exemplo, cisalhamento ou tração “macro”). O método foi introduzido por Sano e seus colaboradores em 1994 e mostrou, desde logo, que áreas adesivas menores aumentam o poder discriminativo e evitam fraturas fora da interface, tornando o  $\mu$ TBS útil para identificar diferenças regionais (dentina oclusal vs. cervical, dentina sã vs. esclerosada) e para estudos de durabilidade (Pashley et al., 1999; Sano et al., 1994, 2020).

### **1.7.3. Microscópio eletrônico de varrimento (MEV)**

Em medicina dentária, o MEV é largamente utilizado para analisar a microestrutura do esmalte e da dentina. A sua capacidade de produzir imagens em alta resolução torna-o particularmente indicado para observar alterações microtopográficas após procedimentos como ataque ácido, abrasão, desgaste ou terapias a laser. Este microscópio permite ainda a análise de superfícies preparadas, seja em cortes superficiais ou múltiplos planos de secção, conferindo flexibilidade à investigação morfológica (Risnes et al., 2019).

Em termos aplicados, o MEV tem sido empregue em estudos que avaliam técnicas de obturação, comparando a densidade e continuidade de selantes em canais radiculares através da visualização de interface *sealer*-dentina (Alghamdi et al., 2023). Também facilita o exame de micro-desgaste dentário causado por erosão, abrasão ou atrição, contribuindo para compreender mecanismos patológicos ou clínicos de deterioração dentária (Levrini et al., 2014).

## 2. Enquadramento

A longevidade clínica das restaurações adesivas depende, em grande medida, da estabilidade da interface resina–dentina. Os sistemas adesivos “*self-etch*” (autocondicionantes) ganharam popularidade por reduzirem a sensibilidade operatória e encurtarem o protocolo clínico, quando comparados aos sistemas “*etch-and-rinse*”. No entanto, a simplificação do procedimento nem sempre se traduz em durabilidade, especialmente nos adesivos de passo único, cujo desempenho a longo prazo pode decrescer devido a fenómenos de hidrólise, diluição de componentes e degradação enzimática do colagénio exposto. Estas preocupações moldam a discussão atual sobre eficácia imediata versus estabilidade ao longo do tempo (Breschi et al., 2008; De Munck et al., 2005; Van Meerbeek et al., 2011).

Entre os fatores químicos que sustentam uma melhor performance dos autocondicionantes, destaca-se a presença de monómeros funcionais, como o 10-MDP, capazes de interagir quimicamente com a hidroxiapatite, formando sais de cálcio pouco solúveis e estruturas nanoestratificadas (“*nanolayering*”). Essa interação contribui para uma zona resistente a ácidos e, por consequência, para maior estabilidade da adesão ao longo do tempo, quando as condições de aplicação como o tempo, a fricção e a evaporação do solvente, são controladas (Carrilho et al., 2019; Van Meerbeek et al., 2011).

Do ponto de vista metodológico, o teste de  $\mu$ TBS à dentina (*microtensile bond strength*,  $\mu$ TBS) é considerado um teste laboratorial sensível e discriminativo para avaliar a resistência adesiva. Introduzida em 1994, a  $\mu$ TBS permite testar áreas pequenas de interface, reduzindo falhas coesivas no substrato e permitindo identificar variações regionais da adesão, por isso, tornou-se um padrão em muitos laboratórios (Sano et al., 2020).

Para aproximar os resultados *in vitro* da realidade clínica, diferentes protocolos de envelhecimento têm sido utilizados, entre os quais a armazenagem hídrica, a ciclagem mecânica e o envelhecimento térmico (*thermocycling*). A termociclagem expõe os espécimes a alternâncias repetidas de temperatura (5–55 °C), induzindo tensões de fadiga e bombeamento de fluidos na dentina, o que pode comprometer a integridade da zona híbrida. Estudos demonstram que a termociclagem pode reduzir de forma significativa os valores de  $\mu$ TBS, embora a magnitude do efeito dependa do adesivo, do número de ciclos

e do desenho experimental (Bedran-de-Castro et al., 2004; Daneshkazemi et al., 2013; Mitsui et al., 2006).

Atualmente, observa-se uma vasta oferta de adesivos “*self-etch*”, incluindo opções de baixo custo, como o OliEtch Bond. Em sistemas de saúde com constrangimentos orçamentais, o custo influencia aquisições e decisões de formulação, mas a evidência independente sobre o desempenho após envelhecimento é, por vezes, limitada para produtos económicos (de Souza Balbinot et al., 2022).

Neste cenário, o objetivo de avaliar a resistência adesiva à dentina por microtração de um sistema autocondicionante de baixo custo após envelhecimento térmico é particularmente pertinente. Em termos de contributo científico, esta investigação avalia se a interface adesiva do adesivo de baixo custo se mantém após termociclagem, discute a plausibilidade mecânica dos resultados à luz da química do sistema (p. ex., presença/ausência de 10-MDP, solventes, pH), contextualiza os achados com meta-análises recentes sobre adesivos universais/autocondicionantes e estratégias de aplicação e oferece evidência útil para decisões clínicas e de aquisição quando o custo é determinante (Carrilho et al., 2019; Hardan et al., 2021; Van Meerbeek et al., 2011).

Em suma, a durabilidade da adesão depende do equilíbrio entre mecânica e química da interface. A  $\mu$ TBS é um método sensível para avaliar essa ligação, e o envelhecimento térmico representa um desafio relevante, sobretudo em sistemas simplificados. Avaliar, em condições controladas, um adesivo *self-etch* de baixo custo após envelhecimento térmico ajuda a colmatar lacunas de evidência com relevância clínica (Daneshkazemi et al., 2013; De Munck et al., 2005).

## II. Objetivos

Os objetivos desta investigação incidem em:

- Avaliar *in vitro* a resistência adesiva à dentina, através de um ensaio de  $\mu$ TBS, utilizando um adesivo *self-etch* de baixo custo (OliEtch Bond) em comparação com um adesivo universal (Scotchbond<sup>TM</sup> Universal<sup>®</sup> Plus), após 10 000 ciclos de termociclagem. Foram estabelecidas as seguintes hipóteses para este objetivo:

H0 – Não há diferenças nos valores de microtração à dentina entre os dois adesivos.

H1 – Há diferenças nos valores de microtração à dentina entre os dois adesivos.

- Classificar as falhas obtidas após  $\mu$ TBS;
- Descrever a interface adesiva através de MEV.



### **III. MATERIAIS E MÉTODOS**

Esta investigação foi realizada num ambiente controlado no Laboratório de Biomateriais da Egas Moniz *School of Health & Science* (Anexo I) e foram utilizados, como amostra, dentes do banco de dentes humanos da Clínica Universitária da mesma instituição, tendo sido previamente aprovada pela Comissão de Ética da Egas Moniz *School of Health & Science* (Anexo II).

#### **1. Amostra de Estudo**

Como amostra foram selecionados 20 dentes molares hígidos extraídos há menos de 6 meses antes do início da investigação. Os dentes selecionados encontravam-se em perfeitas condições, sem lesões de cárie, fraturas, restaurações e/ou sem tratamento endodôntico. A figura 2 mostra um exemplo de um dente molar selecionado para a investigação.



Figura 2- Molar definitivo hígido selecionado para a investigação

Depois de selecionados, os dentes foram previamente limpos com recurso a água corrente para eliminação do sangue, escovados com uma escova profilática e pedra pomes com o auxílio de curetas Gracey para remoção de quaisquer tecidos aderidos e resíduos biológicos. Após esta limpeza, foi realizada a desinfecção dos mesmos, armazenando-os numa solução de cloramina-T trihidratada a 1 % (v/v) a 4° C durante 1 semana. Após este período os dentes foram passados para uma solução de água destilada à mesma temperatura, a qual foi substituída a cada 15 dias (Armstrong et al., 2017).

## **2. Materiais**

Os materiais selecionados para este estudo foram: ácido ortofosfórico (figura 3a), Scotchbond™ Universal® Plus (figura 3b), OliEtch Bond (figura 3c) e resina composta Filtek Z250 de cor A3 (figura 3d). Todos os materiais estão descritos abaixo na Tabela 1 e a mesma inclui: marca, lote, composição, pH e validade dos materiais.



Figura 3 - a) Ácido ortofosfórico; b) Adesivo Scotchbond™ Universal®; c) Adesivo OliEtch Bond; d) Resina composta Filtek Z250 de cor A3.

Tabela 1 - Materiais utilizados durante a investigação

<b>Material</b>	<b>Marca</b>	<b>Lote</b>	<b>Composição</b>	<b>pH</b>	<b>Validade</b>
Ácido ortofosfórico	3M ESPE	10044242	Ácido ortofosfórico 35%	0,1 a 0,4	09-2025
ScotchbondTM Universal® Plus	3M ESPE	10513674	10-MDP; HEMA; 3M Vitrabond Copolymer; Sílica; Silano; Resinas dimetacrílicas radiopacas; Camforoquinona; Etanol/Água	2,7	11-2026
OliEtch Bond	Olident	2024006324		~1,5	10-2026
Resina composta Filtek Z250 A3	3M ESPE, Seefeld, Alemanha	11176730	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA, 60 % zircónio/sílica	-	05-2027

### 3. Métodos

#### 3.1. Preparação da amostra

##### 3.1.1. Corte dos dentes e exposição dentinária

Todos os procedimentos experimentais neste estudo foram executados pelo mesmo operador.

Na primeira etapa, procedeu-se à fixação dos dentes num suporte de acrílico com auxílio de cera colante (Kement, Swindon, Reino Unido), permitindo a realização de dois cortes perpendiculares ao longo eixo do dente: um abaixo da superfície oclusal, de forma a eliminar a porção de esmalte e outro 2 mm abaixo a junção amelo-cementária, descartando a porção radicular. Para este passo foram desenhadas duas linhas com caneta de acetato (figura 4a) para uma maior precisão de corte quando este foi realizado no

micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers A/S, Ballerup, Dinamarca). Este aparelho realiza cortes através de um disco diamantado, sob refrigeração constante e a baixa rotação.

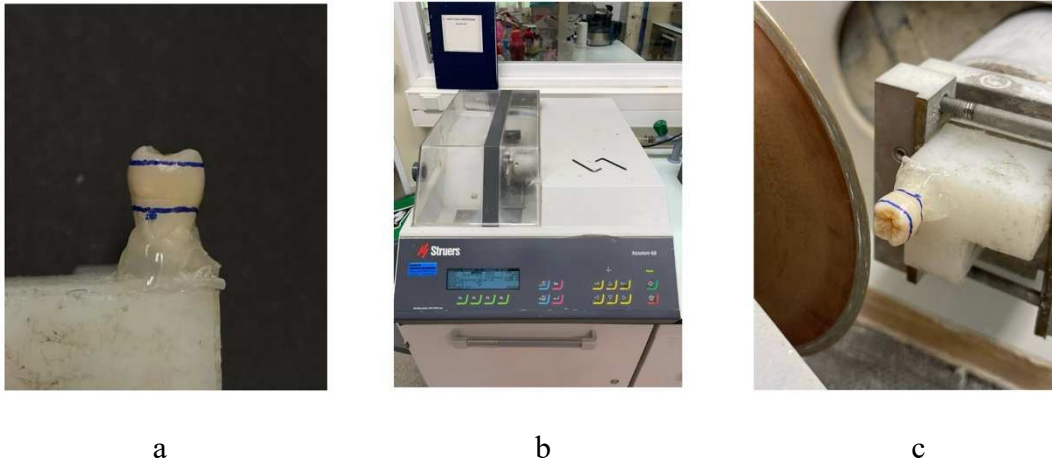


Figura 4 - a) Dente delimitado com caneta de acetato azul para realização dos dois cortes perpendiculares ao longo eixo do dente; b) Micrótomo de tecidos duros Accutom-50 (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca); c) Corte da porção oclusal do dente sobre a linha previamente traçada.

Após os cortes realizados, com a câmara pulpar exposta, procedeu-se à limpeza da mesma recorrendo a uma colher de dentina e posteriormente preencheu-se este espaço com cola de cianocrilato (cola rápida de cianocrilato com ativador em spray, Wurth, Künzelsau, Alemanha) (Anexo III, Figura 4) (Figura 5).



Figura 5 - Preenchimento da câmara pulpar com cola cianoacrilato.

De seguida, o dente foi colocado numa máquina polidora (LaboPol-4, Stuers, A/S, Ballerup, Dinamarca) aplicando pressão digital contra um disco de lixa de carbetto de

silício de granulometria 600 (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) durante 60 s sob água corrente, para simular a *smear layer* (Figura 6).



a



b

Figura 6 – a) Máquina polidora (LaboPol-4, Struers, A/S, Ballerup, Dinamarca); b) Simulação da *smear layer* com aplicação de pressão digital no dente sobre o disco de lixa de carbeto de silício (SiC) de grão 600.

### 3.1.2 Aplicação do Scotchbond™ Universal® Plus e OliEtch Bond

Após a preparação das superfícies dos 20 dentes realizada, foi utilizada uma matriz metálica (Proclinic, Saragoça, Espanha) colocada num porta-matriz universal Tofflemire (Proclinic, Saragoça, Espanha) para auxiliar a aplicação dos adesivos e dos incrementos de resina composta. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em dois grupos experimentais ( $n = 10$ ) e em cada um dos grupos foi aplicada a estratégia adesiva correspondente, através das instruções do fabricante e com os respectivos protocolos descritos na Tabela 2.

Tabela 2 - Protocolo experimental dos dois grupos experimentais (n = 10): SBU e OEB.

Grupo Experimental	Protocolo
SBU	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Lavar e secar com spray de água e jato de ar (sem dessecar), respectivamente;</li><li>2. Aplicar o ácido ortofosfórico a 37% (Bestdent) no esmalte durante 3 s;</li><li>3. Lavar com spray de água até remover todo o ácido e secar levemente com jato de ar. Não secar em demasia para não desidratar a superfície dentinária de modo a não destruir a rede de colagénio;</li><li>4. Esfregar o adesivo com um microbrush descartável na superfície de esmalte e dentina, com movimentos de pincelagem, durante 20 s;</li><li>5. Secar levemente com jato de ar durante 5 s;</li><li>6. Fotopolimerizar durante 10 s.</li></ol>
OEB	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Lavar e secar com spray de água e jato de ar (sem dessecar), respectivamente;</li><li>2. Esfregar o adesivo com um microbrush descartável na superfície de esmalte e dentina, durante 20 a 30 s (Figura 7a);</li><li>3. Secar levemente com jato de ar durante 5 segundos;</li><li>4. Fotopolimerizar durante 10 s (Figura 7b).</li></ol>

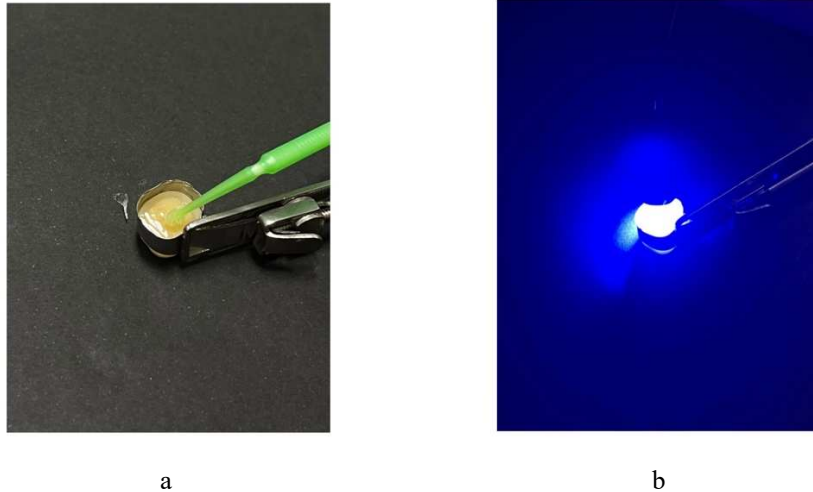


Figura 7 - a) Aplicação do adesivo OliEtch Bond com auxílio de um microbrush; b) Fotopolimerização do adesivo selecionado.

### **3.1.3 Restauração com resina composta**

Aplicado o protocolo de adesão dos adesivos selecionados para este estudo, procedeu-se à restauração dos dentes com resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, Saint Paul, MN, EUA) de cor A3 utilizando uma espátula angulada e um brunidor esférico (Figura 8a) para colocar incrementos de 2 mm até perfazer o total de 4mm medidos com uma sonda graduada. De acordo com as instruções do fabricante, cada incremento foi fotopolimerizado durante 20 s (Figura 8b). Para manter a distância da fotopolimerização uniforme em todas as amostras foi colocada uma tira de acetato na ponta do fotopolimerizador (COXO DB686, Froshan COXO Medical Instruments, Guangdong, China). No último incremento de resina foi aplicado um gel de glicerina (Figura 8d) seguido de uma fotopolimerização de 40 s.

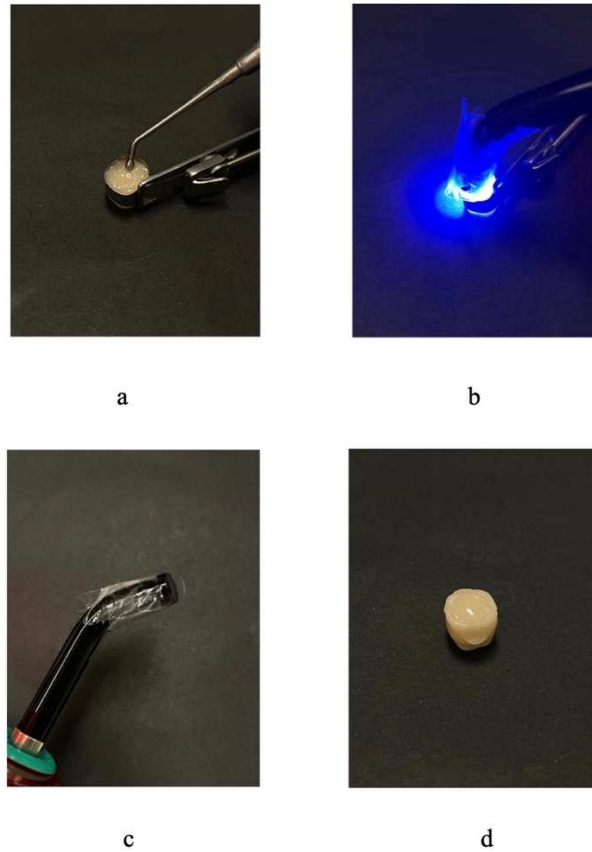


Figura 8 - a) Incremento de resina composta aplicado na superfície dentária com auxílio de um brunidor esférico; b) Fotopolimerização do incremento de resina composta; c) Tira de acetato na extremidade do fotopolimerizador; d) Aplicação de glicerina no último incremento

Para fotopolimerizar o adesivo e a resina composta foi utilizado um fotopolimerizador (COXO DB686, Froshan COXO Medical Instruments, Guangdong, China) e, de forma a controlar a intensidade da sua luz, foi utilizado um radiómetro (Curing Radiometer P/N 10503, EUA) para um mínimo de  $900 \text{ mW/cm}^2$  de acordo com as instruções do fabricante (Figura 9).



Figura 9 - Fotopolimerizador (COXO DB686, Froshan COXO Medical Instruments)

### 3.1.4 Envelhecimento das amostras

Após a restauração de todos os dentes, estes foram submetidos a 10 000 ciclos de termociclagem simulando o envelhecimento térmico (Armstrong et al., 2017). O processo de envelhecimento na termocicladora (JULABO GmbH, Seelbach, Alemanha) consiste numa sequência de banhos alternados em água desionizada, frios (5 °C) e quentes (55 °C), respetivamente, de 30 s cada (Figura 10).



Figura 10 - Equipamento de termociclagem (JULABO GmbH, Seelbach, Alemanha)

### 3.1.5 Corte dos dentes em palitos

Após o envelhecimento térmico os dentes foram retirados da termocicladora e lavados com água corrente. Foi delimitada a zona de esmalte com uma caneta de acetato azul (Figura 11) e colocados novamente no micrótomo de tecidos duros (Accutom-50, Struers, Ballerup, Dinamarca) para proceder aos cortes dos palitos no sentido do eixo do x (Figura 11a) e y (Figura 11b) com uma secção transversal de  $1 \pm 0,4 \text{ mm}^2$ . Uma vez cortados, foram descartados os que se encontravam pintados de azul pois correspondem à adesão esmalte-resina, sendo os restantes colocados sobre papel humedecido com água destilada à temperatura ambiente ( $23 \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ ), de modo a não desidratarem para o ensaio de  $\mu\text{TBS}$ .

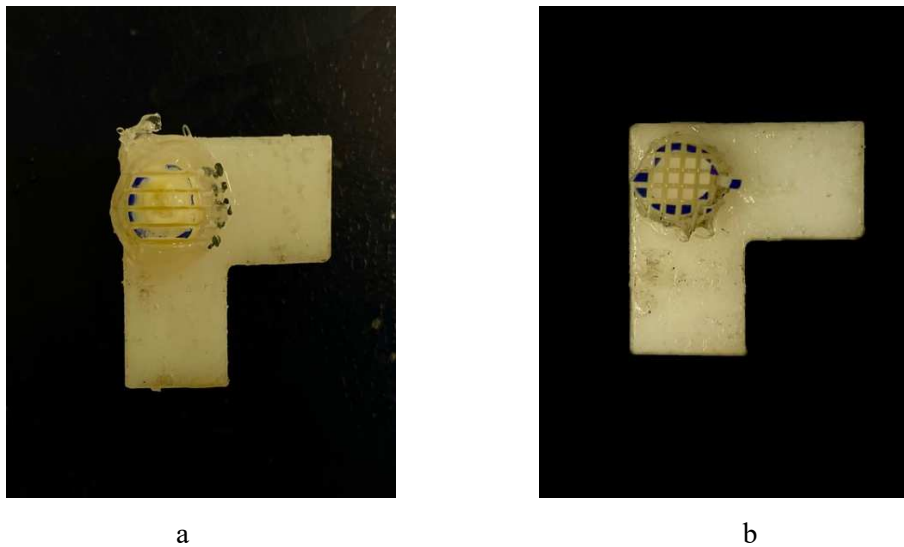


Figura 11 - a) Fotografia do dente cortado segundo o eixo do x; b) Fotografia do dente cortado segundo o eixo do y.

### 3.2. $\mu\text{TBS}$

Para o ensaio de  $\mu\text{TBS}$  os palitos foram fixados nas pontas num suporte metálico de aço inoxidável, do tipo Geraldeli (figura 12a), com a cola de cianoacrilato ativada com um *spray* (Wurth, Künzelsau, Alemanha), deixando livre de cola a interface adesiva. Para cada palito foi realizada a sua tração uma máquina de testes universais (Shimadru Autograph AG-IS, Tokyo, Japão), a uma velocidade de  $0,5 \text{ mm/min}$  com uma carga de  $1 \text{ kN}$  até à fratura (Figura 12b).

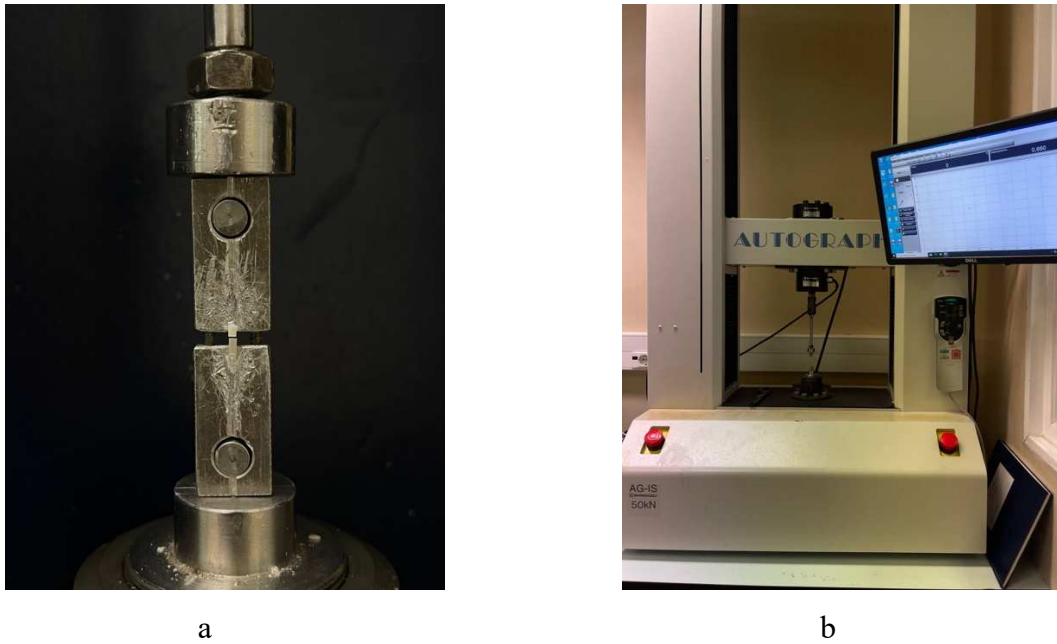


Figura 12 - a) Palito colocado num jig de aço inoxidável e montado na máquina de testes universais; b) Máquina de testes universais (Shimadzu Autograph AG-IS, Tokyo, Japão).

Após a fratura do palito, foi gerado um gráfico na máquina de testes que registou a força aplicada (N) e o ponto de rutura do mesmo (Figura 13).

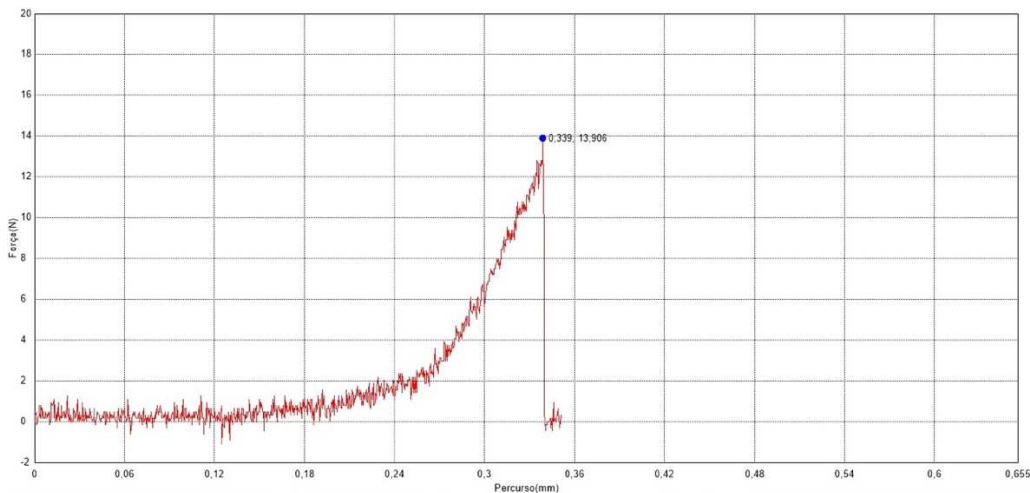


Figura 13 - Gráfico representativo dos valores da microtração de um palito com adesivo ScotchbondTM Universal® Plus na máquina de teste universal.

A resistência adesiva expressa em MPa, foi calculada dividindo a força aplicada (N) pela área adesiva de cada palito (mm<sup>2</sup>), conforme:

$$\text{Resistência adesiva (MPa)} = \text{Força (N)} / \text{Área adesiva (mm}^2\text{)}$$

Para cada grupo, utilizou-se a média das resistências adesivas dos palitos obtidos como valor representativo do dente, considerando o dente como a unidade experimental.

Cuidadosamente removeram-se os palitos do suporte de acrílico, e foi medida a área dos mesmos com recurso a uma craveira digital (Toolland, 3472B, Halbe Wiersemaweg, Países Baixos) (Figura 14a) para cálculo da área da secção transversal da interface adesiva (Figura 14b).

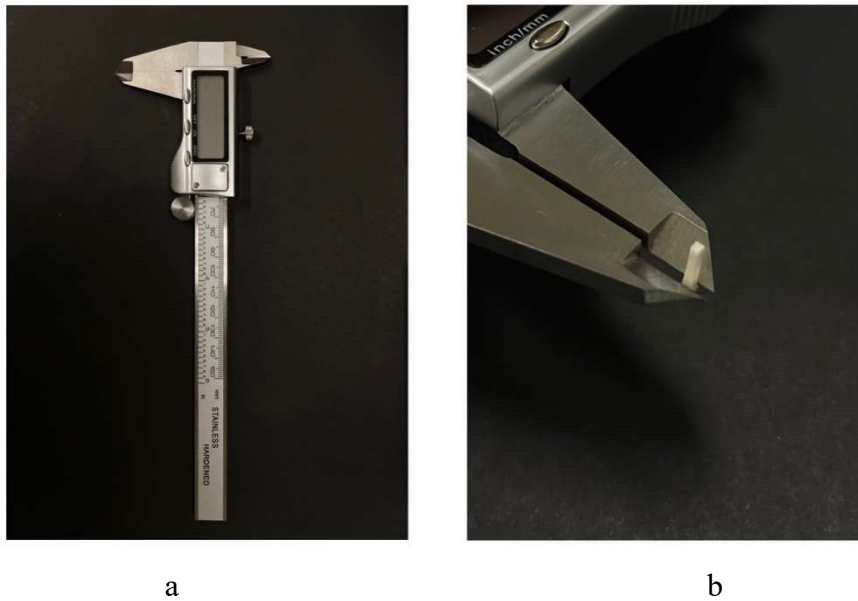


Figura 14 - a) Craveira digital (Toolland, 3472B, Halbe Wiersemaweg, Países Baixos); b) Medição da interface adesiva com recurso a uma craveira digital.

### **3.2.1. Tipos de falhas**

Após a fratura, o tipo de falha da interface foi classificado, após a observação de todos os palitos num microscópio (Microscópio ótico Leica ATC 2000 (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha) (Figura 15), com uma ampliação 40 x em: falha adesiva, falha coesiva em dentina, falha coesiva em resina, falha mista e, no caso de fratura antes do ensaio de microtração, falha pré-teste (FPT).

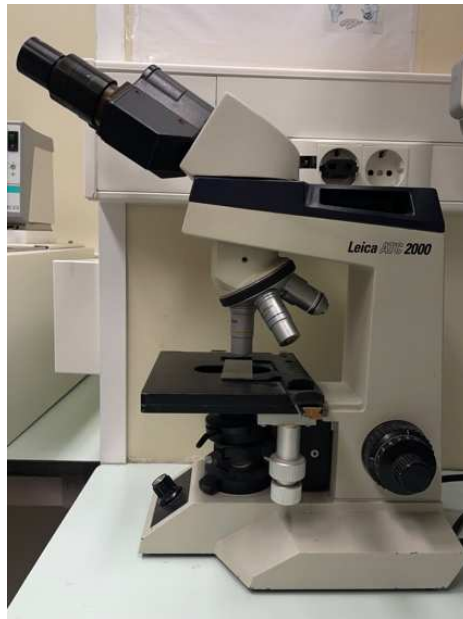


Figura 15 - Microscópio óptico Leica ATC 2000 (Leica Microsystems, Wetzlar, Alemanha).

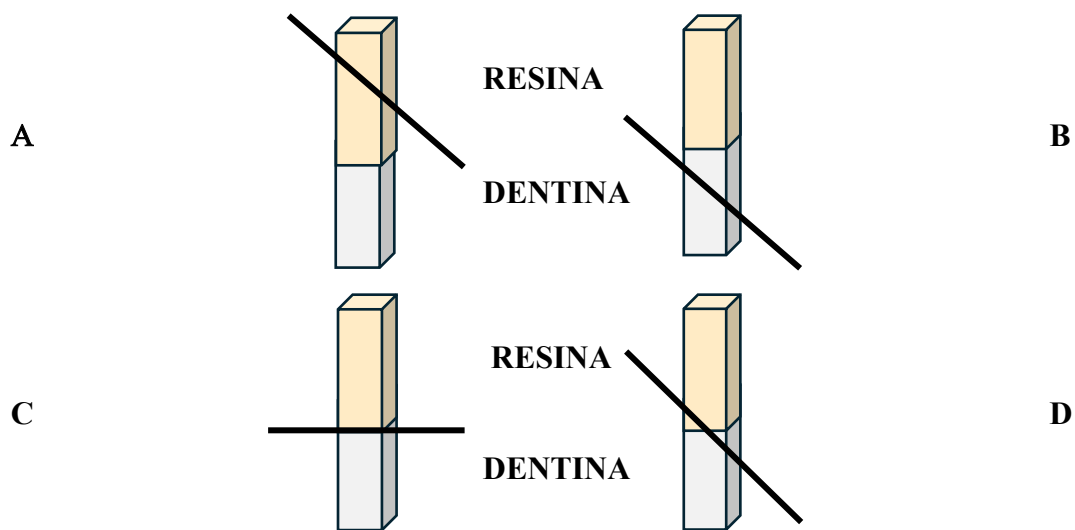


Figura 16 - Ilustração representativa dos tipos de falhas possíveis.

a) Falha coesiva na resina; b) Falha coesiva na dentina; c) Falha adesiva; d) Falha mista.

### 3.3 Preparação das amostras para o MEV

Para observação da interface adesiva no MEV, foi selecionado aleatoriamente um palito de cada grupo ( $n = 1$ ) que não tenha sido testado na microtração. A preparação passa por três passos: fixação, desidratação e metalização. Estes passos são padrão em

amostras dentárias e devem ser ajustados ao objetivo e ao equipamento disponível (Fischer et al., 2012).

- **Fixação**

Inicialmente, os palitos foram imersos numa solução de glutaraldeído a 3% a 4 °C durante 24 horas. Posteriormente, foram transferidos para 20 mL de uma solução de cacodilato de sódio a 0,1 M, com pH 7,3, durante 1 hora, com o objetivo de eliminar o excesso do fixador. Durante este período, a solução foi renovada três vezes, em intervalos de 20 minutos.

- **Desidratação**

Após a etapa de fixação, os palitos foram lavados com água destilada durante 1 min e imediatamente imersos em ácido clorídrico 0,1 M por 10 min, seguidos de imersão em hipoclorito de sódio a 13% durante 2 min.

Para promover a desidratação, os espécimes foram submetidos a banhos sequenciais de etanol em diferentes concentrações: 70% durante 20 min, 95% por 20 min e, por fim, 100% durante 60 min.

Posteriormente, os palitos foram imersos numa solução de hexametildisilano (Figura 17) em dois banhos consecutivos de 10 min cada, perfazendo um total de 20 min. Para a secagem final, os espécimes foram retirados da solução e colocados sobre papel de filtro, permanecendo à temperatura ambiente durante 24 horas.



Figura 17 - Palitos em solução com reagente hexametildisilano

- **Metalização**

Por fim, os palitos foram fixados sobre um disco de alumínio, utilizando fita adesiva dupla face de cobre (Figura 18), garantindo que a superfície a ser analisada permanecesse voltada para cima.

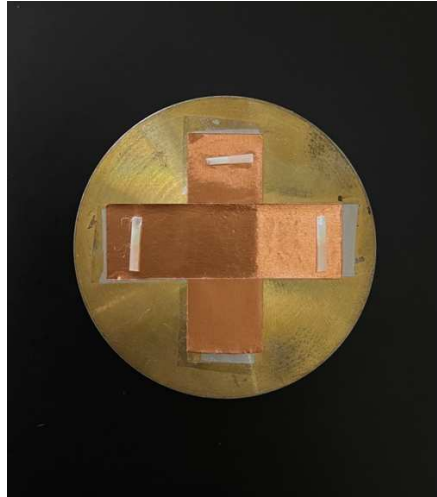
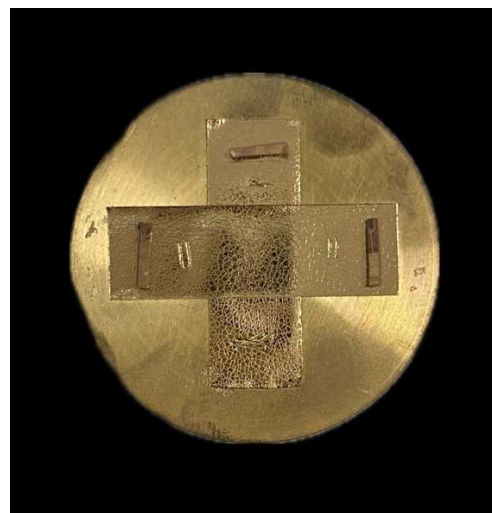


Figura 18 - Palitos sobre a fita adesiva de cobre no disco de alumínio.

Em seguida, os espécimes foram submetidos à metalização num *sputter coater* (Figura 19a) (JEOL, JEE-400, Vacuum Evaporator, Tokyo, Japão), através da deposição de uma fina camada de partículas de ouro/paládio (Figura 19b).



a



b

Figura 19 - a) Sputter coater (JEOL, JEE-400, Vacuum Evaporator, Tóquio, Japão); b) Palitos no disco de alumínio após metalização.

### **3.4 Observação**

O disco de alumínio previamente preparado foi colocado MEV (JEOL, JSM-5400, Tokyo, Japão) (Figura 20a) com o objetivo de observar a interface entre a resina composta e a dentina, utilizando uma voltagem de 30 kV, distância de trabalho de 13 mm em modo de elétrons secundários.

As micrografias obtidas foram registradas com ampliações de 750x, 1 000x e 2 000x, utilizando o software Bruker Espirit Compact (Figura 20b). Esta análise permitiu a caracterização ultramorfológica da interface adesiva, considerando parâmetros como a homogeneidade, a espessura, a presença de defeitos estruturais e a extensão dos prolongamentos de resina.



a



b

Figura 20 - a) MEV (JEOL, JSM-5400, Tokyo, Japão); b) Software de captura de imagem do MEV (Bruker Espirit Compact).

4. Diagrama Experimental

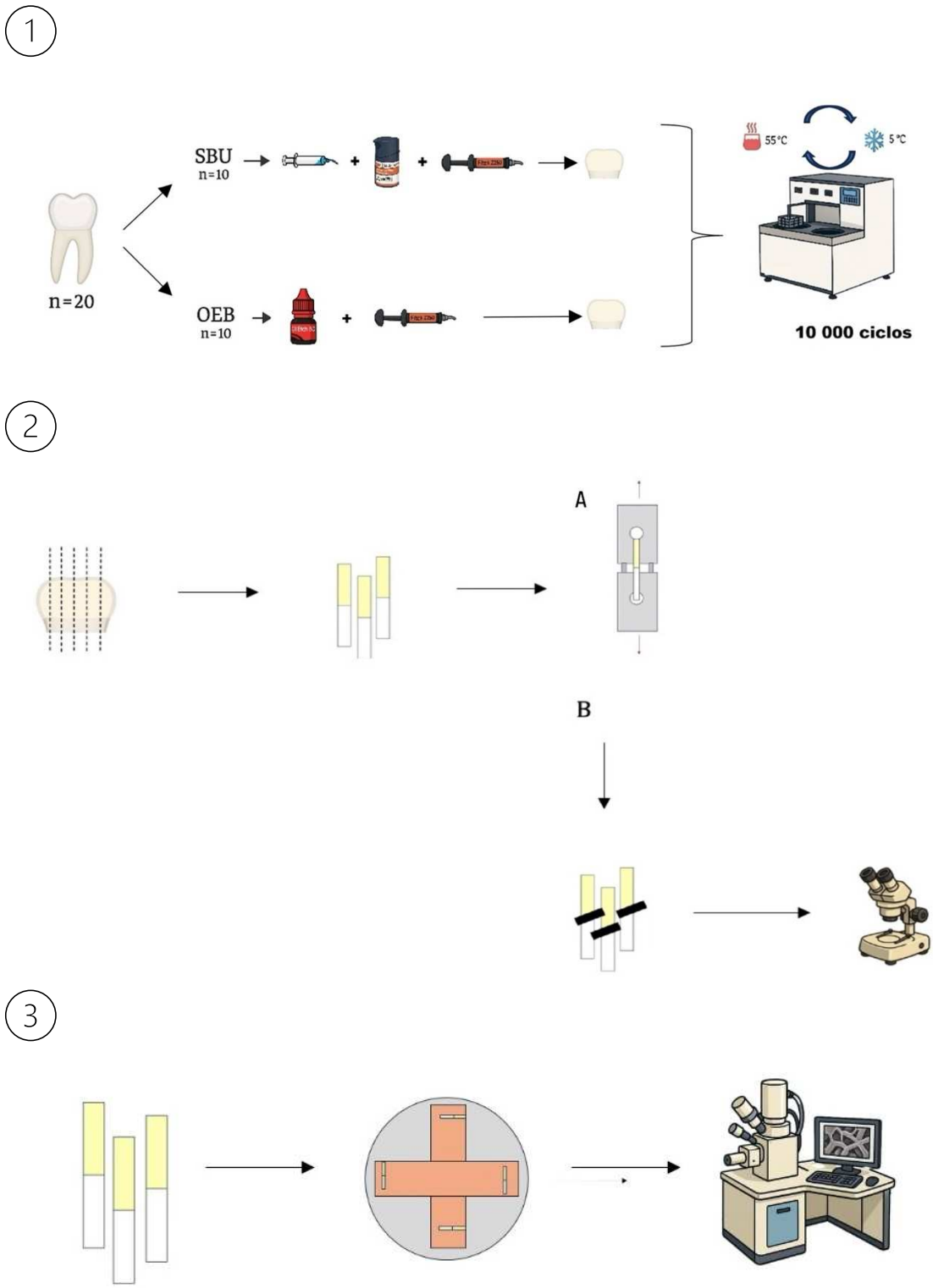


Figura 21 - Diagrama experimental do procedimento laboratorial. (1) Preparação dos dentes de acordo com o protocolo e posterior envelhecimento térmico; (2) Corte dos dentes em palitos para: A) Ensaio de  $\mu$ TBS; B) Classificação das falhas após  $\mu$ TBS através da observação dos palitos em microscópio estereoscópico; (3) Avaliar a interface adesiva através da observação dos palitos em MEV.

## **5. Análise Estatística**

A dimensão amostral ( $n = 10$  dentes por grupo experimental) foi definida em conformidade com as recomendações da *Academy of Dental Materials* (Armstrong et al., 2017).

Os dados recolhidos foram tratados no programa IBM SPSS Statistics para Windows, versão 30.0 (IBM Corporation, Armonk, EUA). Para o cálculo da resistência adesiva ( $\mu$ TBS), considerou-se o dente como unidade experimental, de forma a reduzir a dependência entre espécimes de um mesmo dente. Na análise do tipo de falha, cada palito foi considerado individualmente.

As falhas pré-teste foram identificadas e registadas separadamente. Para efeitos de cálculo da resistência adesiva média, os espécimes que apresentaram falha pré-teste foram contabilizados atribuindo-se um valor equivalente a metade da menor resistência registada no respetivo grupo, conforme recomendado por Armstrong et al. (2017).

A análise estatística incluiu métodos descritivos, com determinação da média, desvio padrão, valores mínimos e máximos para cada grupo experimental, e métodos inferenciais. A normalidade da distribuição dos dados foi avaliada através do teste de Shapiro-Wilk, e a homogeneidade das variâncias com o teste de Levene. Dada a ausência de normalidade, optou-se pela aplicação do teste não paramétrico de Mann-Whitney, adequado à comparação de dois grupos independentes. O nível de significância adotado foi de 5% ( $\alpha = 0,05$ ).

O tipo de falha foi analisado unicamente por estatística descritiva, sendo apresentadas as respetivas frequências absolutas e relativas (%).

## IV. Resultados

### 1. $\mu$ TBS

A análise descritiva com os respectivos valores médios, desvio padrão, valor mínimo e máximo da  $\mu$ TBS nos dois grupos experimentais está descrita abaixo na Tabela 3. A  $\mu$ TBS variou entre  $11,30 \pm 1,07$  Mpa, no grupo SBU e  $8,72 \pm 8,23$  Mpa, no grupo OEB (Tabela 3).

Tabela 3 - Estatística descritiva da  $\mu$ TBS (Mpa) dos dois grupos experimentais: SBU e OEB (n = 10).

<b>Grupo Experimental</b>	<b>Média <math>\pm</math> DP (MPa)</b>	<b>Valor Mínimo (MPa)</b>	<b>Valor Máximo (MPa)</b>
<b>SBU</b>	$11,30 \pm 1,07$ MPa	8,7	12,6
<b>OEB</b>	$8,72 \pm 8,23$ MPa	2,8	27,8

DP – Desvio Padrão

O grupo **SBU** apresentou valores de  $\mu$ TBS mais consistentes, com menor variabilidade (DP = 1,07 MPa).

O segundo grupo experimental **OEB** demonstrou maior dispersão dos resultados (DP = 8,23 MPa), evidenciando maior variabilidade na adesão.

Com base nos resultados do teste estatístico (U de Mann-Whitney), verificou-se que existiram diferenças estatisticamente significativas entre os dois grupos de adesivos avaliados. A resistência adesiva à microtração foi significativamente superior no grupo SBU em comparação com o grupo OEB ( $p = 0,023$ ). Assim, conclui-se que o SBU tem um desempenho significativamente superior ao OEB.

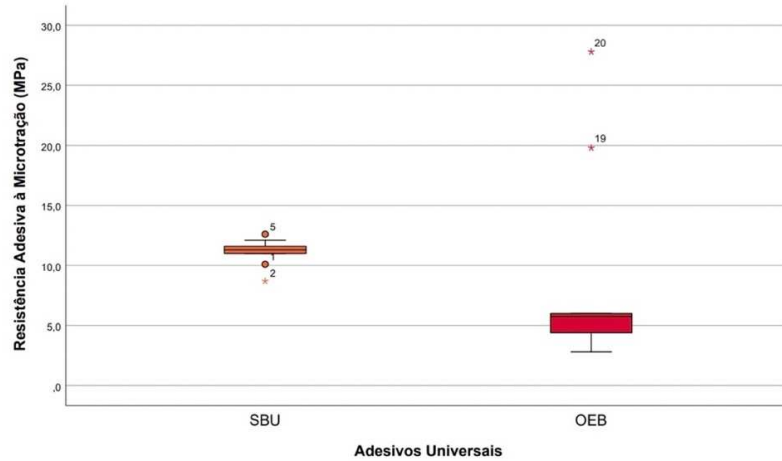
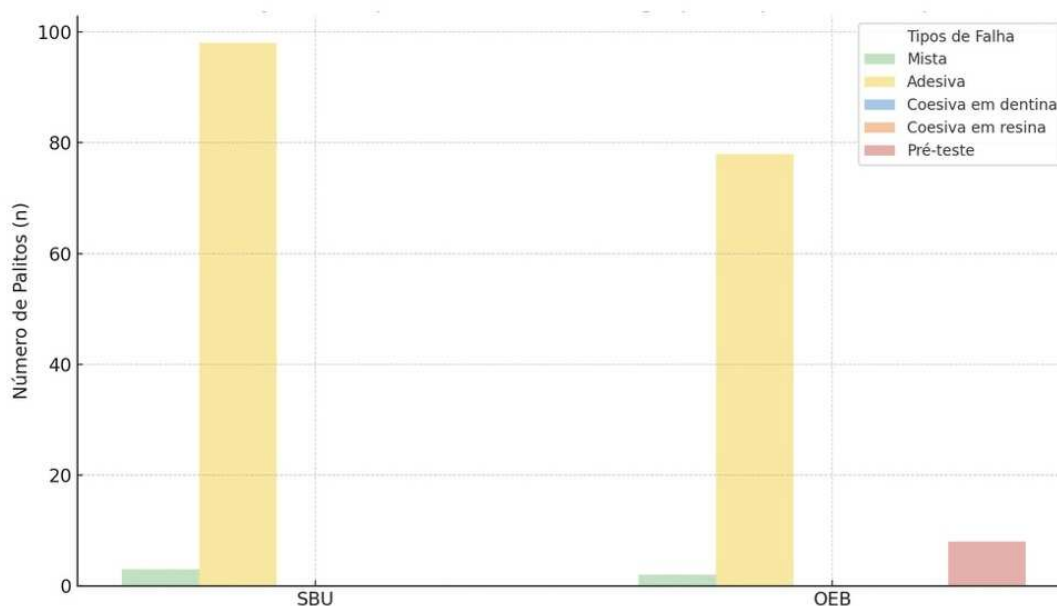


Figura 22 - Boxplot da resistência adesiva à microtração (MPa) após 10 000 ciclos de termociclagem nos dois grupos experimentais (n=10).

## 2. Tipo de falha

Dos 20 dentes foram obtidos 189 palitos no total dos dois grupos experimentais (Figura 23). Foram contabilizadas 8 falhas pré-teste. As falhas adesivas foram as mais frequentes com percentagens de 97 % no grupo SBU e 88,6 % no grupo OEB, respetivamente. As falhas mistas apresentaram valores de 3 % no grupo SBU e 2,3 % no grupo OEB. Por outro lado, não foram registadas falhas coesivas em resina nem em dentina.

### Falhas de resistência adesiva à microtração



	SBU	OEB	Total (palitos)
Mistas	3 (3,0%)	2 (2,3%)	5 (2,6%)
Adesivas	98 (97,0%)	78 (88,6%)	176 (93,1%)
Coesivas em dentina	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)
Coesivas em resina	0 (0%)	0 (0%)	0 (0%)
Falhas pré-teste	0 (0%)	8 (9,1%)	8 (4,2%)
<b>Total (palitos)</b>	<b>101 (100%)</b>	<b>88 (100%)</b>	<b>189 (100%)</b>

Figura 23 - Falhas registadas no teste de  $\mu$ TBS (Mpa) nos dois grupos experimentais (n = 10), com valores numéricos e percentuais.

### 3. MEV

A avaliação da interface adesiva dos palitos, realizada por MEV, permitiu identificar padrões estruturais semelhantes nos diferentes grupos experimentais. Na figura abaixo (Figura 24) podemos identificar a resina, *resin tags* e os túbulos dentinários numa leitura de cima para baixo.

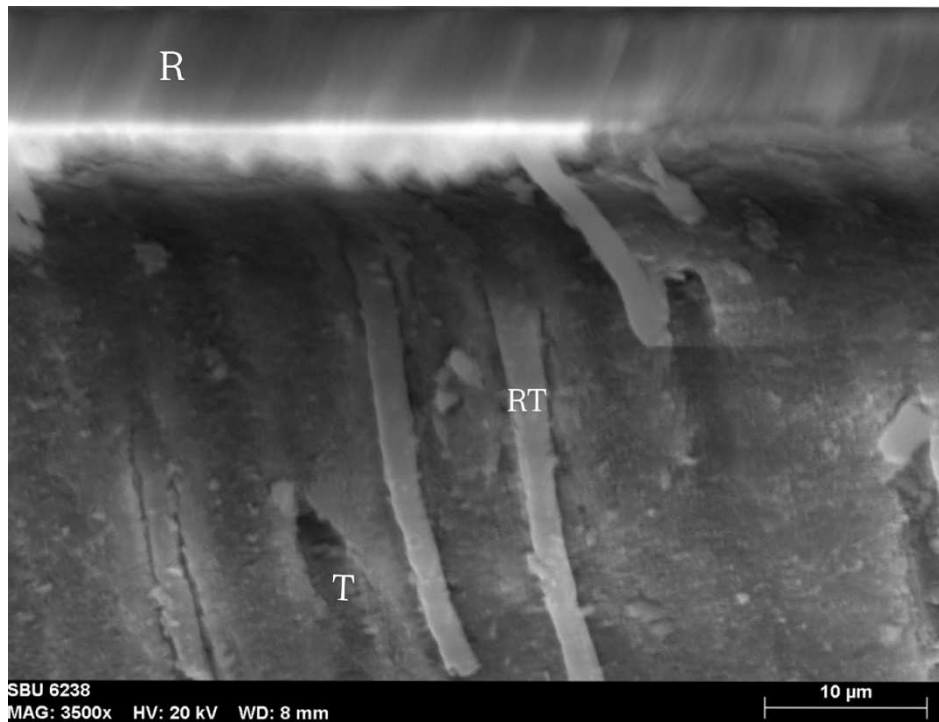


Figura 24 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo SBU, com ampliação de 3500x. R - resina; RT- resin tags; T - túbulos dentinários.

Com o objetivo de avaliar eventuais diferenças entre os dois grupos experimentais (OEB e SBU), foram obtidas quatro micrografias por MEV, com ampliações de 350x e 1000x. Relativamente à camada híbrida, esta manteve-se íntegra e homogênea, não se observando distinções entre os grupos analisados.

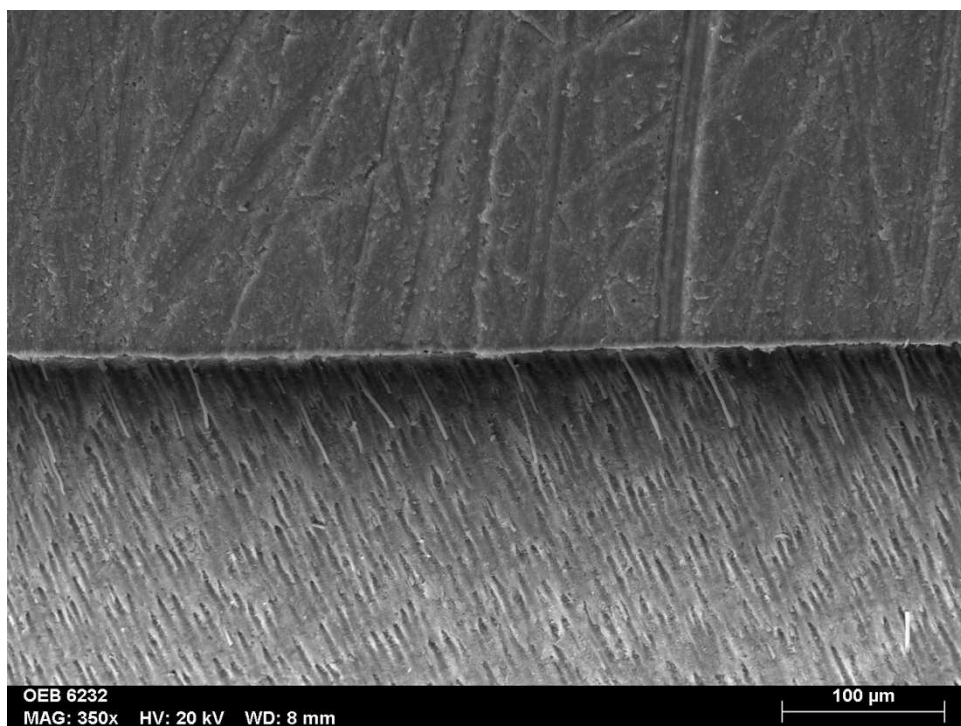


Figura 25 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo OEB com ampliação de 350x.

A análise por microscopia eletrónica de varrimento (MEV) da interface resina–dentina do grupo experimental OEB (OliEtch Bond) permitiu observar uma camada híbrida contínua e homogénea. Na ampliação de 350x (Figura 25), identificaram-se os túbulos dentinários na dentina subjacente e a interface com a resina composta, que se apresentou regular e sem descolamentos evidentes. A camada híbrida revelou-se delgada, mas bem definida como zona de transição entre os dois substratos.

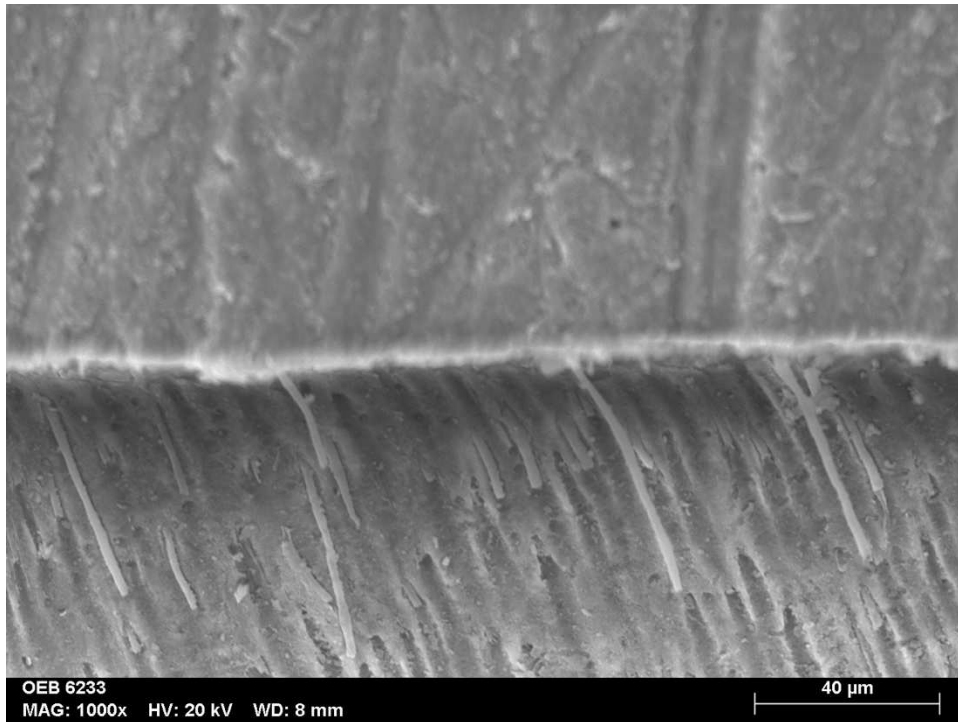


Figura 26 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo OEB com ampliação de 1000x.

Com uma ampliação de 1000x (Figura 26), foi possível distinguir com maior detalhe a estrutura tubular da dentina e a presença de prolongamentos resinosos (*resin tags*), ainda que de reduzida extensão e em número limitado. A interface manteve-se contínua e relativamente uniforme, embora tenham sido observadas pequenas irregularidades superficiais compatíveis com incorporação parcial da *smear layer* ou com zonas de infiltração incompleta. No conjunto, estas imagens sugerem uma infiltração resinosa eficaz mas limitada em profundidade, o que é consistente com a ação de um adesivo *self-etch* de baixo pH.

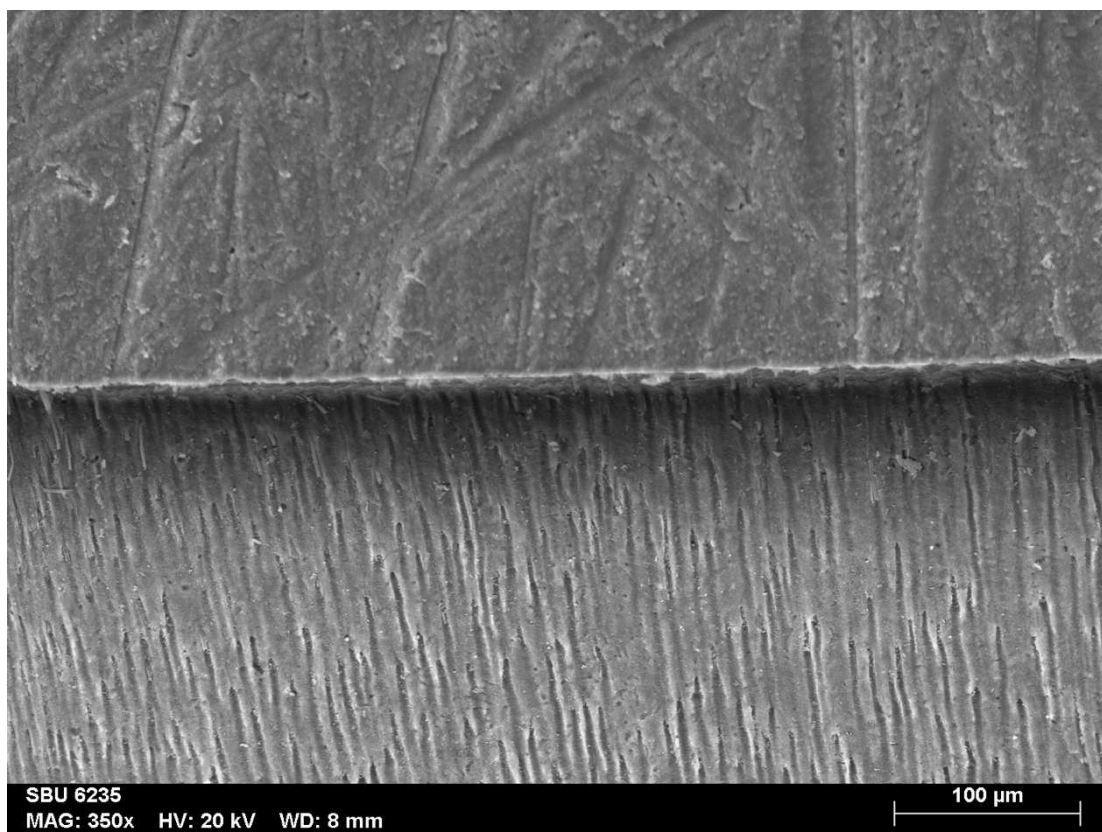


Figura 27 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo SBU com ampliação de 350x.

Na figura 27 observa-se a interface entre a resina composta (parte superior) e a dentina (parte inferior). A camada híbrida apresenta-se contínua e homogénea, com espessura uniforme ao longo da superfície. Notam-se túbulos dentinários parcialmente infiltrados, mas sem descolamentos ou falhas evidentes na interface.

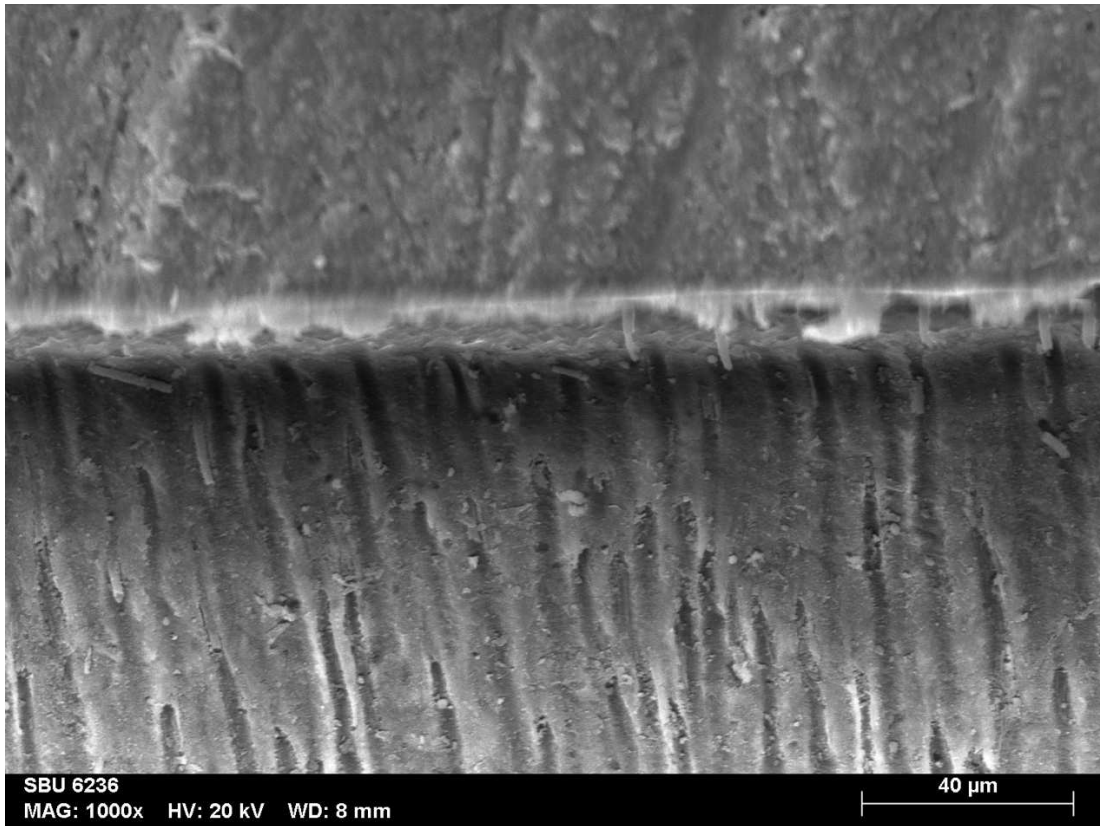


Figura 28 - Fotografia obtida a partir do MEV do espécime do grupo SBU com ampliação de 1000x.

Na figura 28, com maior detalhe, evidencia-se a camada híbrida, que mantém um aspecto regular e integrado, sugerindo uma boa infiltração do adesivo. A superfície dentinária exibe túbulos dentinários abertos e parcialmente penetrados pelo adesivo, embora sem formação proeminente de *resin tags* extensos. A interface mantém-se compacta, o que reflete a estabilidade estrutural proporcionada pelo SBU.

## V. Discussão

A adesão à dentina continua a representar um dos maiores desafios da medicina dentária restauradora moderna, devido à sua natureza complexa e húmida, à presença de túbulos dentinários e à matriz de colagénio vulnerável a degradação (Perdigão, 2020). Apesar dos avanços, a obtenção de uma interface resina–dentina estável a longo prazo é frequentemente comprometida pela hidrólise dos monómeros resinosos e pela ativação de metaloproteinasas da matriz (MMPs), que degradam o colagénio exposto (Breschi et al., 2008). Neste contexto, os adesivos universais, como o SBU, surgem como sistemas de eleição devido à sua versatilidade de aplicação (*etch-and-rinse*, *self-etch* e *selective-etch*) e à presença de monómeros funcionais como o 10-MDP, capazes de estabelecer ligações químicas estáveis com a hidroxiapatite, conferindo maior potencial de durabilidade (Carrilho et al., 2019; Hardan et al., 2021). Estudos prévios demonstraram que o SBU apresenta bons resultados imediatos de resistência adesiva e mantém desempenho aceitável após envelhecimento artificial, incluindo a termociclagem (Elkaffas et al., 2018).

A termociclagem foi utilizada por constituir um método amplamente aceite para simular, *in vitro*, as variações térmicas do meio oral e acelerar fenómenos de fadiga na interface adesiva. Este método induz contrações e expansões repetitivas, relacionadas com os diferentes coeficientes de expansão térmica dos materiais, e favorece a penetração de fluidos ao longo da interface, permitindo avaliar a durabilidade da adesão (Amaral et al., 2007; Mitsui et al., 2006).

A resistência adesiva foi avaliada através do ensaio de  $\mu$ TBS, considerado padrão-ouro para estudos laboratoriais de adesão. Esta metodologia permite testar áreas reduzidas de interface ( $\approx 1 \text{ mm}^2$ ), aumenta o poder discriminativo entre sistemas adesivos e reduz falhas coesivas no substrato, frequentemente observadas em testes de macrotração ou cisalhamento (Pashley et al., 1999; Sano et al., 1994). Assim, a  $\mu$ TBS oferece uma análise mais fidedigna da resistência adesiva à dentina.

O microscópio eletrónico de varrimento (MEV) e o microscópio eletrónico de transmissão (MET) têm princípios de funcionamento distintos e apresentam vantagens e limitações específicas. O MET oferece resolução muito elevada, permitindo visualizar

estruturas internas finas e detalhes da ultra-estrutura celular e extracelular, contudo, para preparar amostras para MET, frequentemente é necessário realizar cortes ultrafinos, desmineralização parcial, impregnação com resina de suporte e manuseamento delicado, o que pode introduzir artefactos e afetar a integridade da interface (Arana-Chavez & Castro-Filice, 2019). Por outro lado, o MEV permite examinar superfícies ou seções transversais mais amplas, com menor preparação e com boa profundidade de campo, o que permite observar morfologia da interface resina–dentina (camada híbrida, interface adesiva) de forma relativamente direta (Kuntze et al., 2020). Este último oferece vantagem prática em estudos de adesão dentária porque permite a visualização de fraturas, falhas e morfologia da interface com área relativamente grande, facilitando a correlação entre o ensaio de  $\mu$ TBS e as imagens morfológicas (Nawrocka et al., 2021), assim sendo optou-se pelo MEV.

O objetivo principal desta investigação foi avaliar a resistência adesiva à dentina de um sistema adesivo *self-etch* de baixo custo, após envelhecimento térmico, em comparação com um adesivo universal consolidado na prática clínica. A pertinência desta abordagem reside no facto de a adesão à dentina continuar a representar um desafio clínico e científico, particularmente quando se utilizam sistemas simplificados cuja durabilidade pode estar comprometida. Além disso, a crescente disponibilidade de adesivos de baixo custo no mercado levanta questões quanto à sua fiabilidade e longevidade, sendo essencial validar, através de metodologias padronizadas como o teste de  $\mu$ TBS, se estes materiais podem constituir uma alternativa viável em contextos clínicos onde o custo é determinante. Assim, esta investigação contribui para colmatar a escassez de evidência independente sobre o desempenho de adesivos económicos, fornecendo dados relevantes para a tomada de decisão clínica e para políticas de aquisição de materiais em saúde oral.

No presente estudo, os resultados mostraram diferenças significativas entre os grupos: o SBU apresentou valores médios de  $\mu$ TBS de  $11,30 \pm 1,07$  MPa, superiores aos valores do OEB ( $8,72 \pm 8,23$  MPa), o que confirma a rejeição da hipótese nula ( $H_0$ ).

Ambos os adesivos contêm 10-MDP, pelo que apresentam um melhor desempenho, especialmente após envelhecimento, quando comparados com adesivos *self-etch* simplificados (Elkaffas et al., 2018; Hardan et al., 2021). Num estudo *in vitro*, após 1000 ciclos de termociclagem, um adesivo universal com 10-MDP (Scotchbond

Universal) manteve valores médios de 15,8 MPa, enquanto um *self-etch* simplificado sem 10-MDP (Adper Easy One) apresentou apenas 11,2 MPa (Shafiq et al., 2020). Resultados semelhantes foram observados em que o Clearfil SE Bond (10-MDP) manteve valores estáveis mesmo após envelhecimento, enquanto adesivos *self-etch* simplificados como Adper Easy Bond e Adper SE Plus sofreram quedas significativas (Sangwichit et al., 2016). De forma consistente, também foram verificadas reduções relevantes em adesivos simplificados submetidos a termociclagem, reforçando que a presença de 10-MDP contribui para uma união mais duradoura à dentina (El-Araby & Talic, 2007).

A formulação química de um adesivo é determinante tanto para o desempenho imediato (capacidade de infiltração, molhabilidade, polimerização), quanto para a estabilidade da interface no tempo. Os principais componentes — monómeros funcionais, monómeros hidrofílicos/diluentes, solventes e água — desempenham papéis específicos, e o equilíbrio entre eles é delicado.

Estes resultados não estão de acordo com a literatura, pois seria de esperar que adesivos com composição química semelhante apresentassem o mesmo padrão de desmineralização e consequente adesão à dentina. A composição química do OEB não é especificada pelo fabricante. No folheto informativo indica a presença de 10-MDP, no entanto, na ficha técnica apenas indicam como constituintes: HEMA, UDMA, 4-META e TPO. Assim, o grupo de investigação que se encontra a estudar este adesivo, através de espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR), caracterizou o adesivo, tendo encontrado monómeros e solventes como  $\approx 30\%$  Bis-GMA,  $30\%$  TEGDMA,  $15\%$  HEMA,  $15\%$  10-MDP,  $15\%$  água,  $5\%$  etanol.

Como já mencionado na introdução, o 10-MDP age como monómero funcional que pode estabelecer ligações químicas com íons cálcio da hidroxiapatite residual, por meio da formação de sais de MDP-Ca que resistem à dissolução aquosa relativamente bem (Carrilho et al., 2019). A capacidade de formar uma “zona resistente ao ácido” (*acid-base resistant zone*) na interface adesiva é frequentemente atribuída ao 10-MDP, o que reforça a resistência da interface a desafios ácidos posteriores (Carrilho et al., 2019). Em modelos experimentais, adesivos com 10-MDP demonstraram comportamento superior frente à água e à termociclagem em comparação com adesivos sem esse monómero (Hidari et al., 2020). Relativamente à percentagem deste monómero funcional, há uma diferença entre OEB e SBU. Seria de esperar que o adesivo com maior quantidade de 10-

MDP, OEB, favorecesse uma interação química com o cálcio da HAp da dentina e esta ligação MDP-Ca resultasse em forças de adesão mais elevadas (Carrilho et al., 2019). No entanto, como este estudo foi realizado com envelhecimento térmico, a presença de água e de choques térmicos pode influenciar este resultado e degradar a camada híbrida, diminuindo os valores de  $\mu$ TBS a longo prazo.

Estudos mais recentes investigaram a cristalografia dos sais formados pelo 10-MDP e sugerem que esses sais podem cristalizar em estruturas nanoestruturadas (*nano-layering*), conferindo estabilidade mecânica adicional à interface (Ahmed et al., 2025). Essa nanolaminação reforça a ligação molecular e pode retardar a degradação hidrolítica (Ahmed et al., 2025). Por outro lado, a incorporação de HEMA na formulação pode inibir esse processo de *nano-layering* e comprometer a estabilidade a longo prazo da interface (Alomran et al., 2025). No estudo do grupo de investigação que compara a composição de ambos os adesivos, SBU tem maior quantidade de HEMA (24 %) em relação ao OEB (15 %), não estando de acordo com os resultados deste estudo em que o valor de adesão à dentina no SBU é superior ao OEB.

OEB apresenta uma maior quantidade de TEGDMA, um monômero hidrofílico e mais suscetível a degradação hidrolítica e liberação de subprodutos ao longo do tempo, o que pode explicar a diminuição dos valores de resistência adesiva.

Os valores de solventes são superiores no OEB, o que pode ser uma possível explicação para os resultados obtidos. Solventes como etanol, acetona e água são essenciais para dissolver os monômeros, permitir mobilidade molecular e manter a dentina suficientemente húmida para evitar colapso da matriz colagénica durante a aplicação. No entanto, solventes residuais ou água não removida corretamente podem gerar bolhas, vacuidades, microinfiltração ou fragilizar a interface (Sofan et al., 2017). O equilíbrio entre solvência, evaporação e compatibilidade com os monômeros é crítico: um solvente demasiado agressivo pode desmineralizar excessivamente ou ativar MMPs, enquanto solvente insuficiente compromete a infiltração (Zhao et al., 2021), que será o caso no OEB.

O desempenho inferior e a maior variabilidade do OEB podem estar relacionados com fatores intrínsecos à sua formulação, como o pH. Este adesivo apresenta um pH mais baixo (~1,5), o que pode resultar numa desmineralização mais agressiva da dentina, com

risco de exposição excessiva do colagénio sem infiltração completa da resina, favorecendo degradação precoce (Van Meerbeek et al., 2011). O segundo adesivo, com um pH moderado (~2,6–2,7), contribui para menor agressividade de desmineralização e redução da sensibilidade pós-operatória (Ghajari et al., 2019). Além disso, a presença de silano na mesma formulação amplia a compatibilidade com cerâmicas vítreas e substratos indiretos. Em conjunto, estes elementos podem ajudar a explicar porque o SBU apresenta frequentemente maior previsibilidade clínica e durabilidade em diferentes modos de aplicação e substratos, quando comparado com outros adesivos concorrentes como o OEB.

O presente estudo faz parte de um grupo de estudos ainda não publicados envolta do adesivo OEB, entre eles encontra-se o estudo sobre o comportamento do OEB e do SBU após 24 horas, em que os resultados são iguais para ambos os adesivos. Porém existem diferenças após envelhecimento térmico, assim sendo, há diferença na manutenção da integridade da camada híbrida a longo prazo. No OEB, que apresenta menores valores de resistência adesiva à dentina, pode indicar a existênciade uma maior ativação das MMP's neste adesivo.

Quanto aos tipos de falha, observou-se predominância de falhas adesivas em ambos os grupos (97% no SBU e 88,6% no OEB), sendo este padrão comum em estudos de adesão à dentina, especialmente após envelhecimento, quando a interface adesiva representa o elo mais fraco (Betancourt et al., 2019). As falhas mistas foram raras, e não se verificaram falhas coesivas em resina ou dentina.

A observação por MEV evidenciou uma camada híbrida contínua e homogénea em ambos os grupos, sem diferenças morfológicas marcantes. Contudo, estudos sugerem que estas análises, embora úteis para confirmar a formação da camada híbrida, nem sempre conseguem discriminar diferenças subtis na qualidade da infiltração ou na estabilidade química da interface, aspetos que apenas se revelam com o envelhecimento funcional (Risnes et al., 2019). Neste sentido, é plausível que as diferenças detetadas nos valores de resistência adesiva não sejam justificadas pelos aspetos morfológicos observados pela microscopia.

Do ponto de vista clínico, a utilização de adesivos de baixo custo como o OEB tem de ser utilizada com prudência, mesmo em contextos de restrição orçamental, pois

evidência disponível alerta para a menor previsibilidade do seu desempenho, sobretudo após envelhecimento (de Souza Balbinot et al., 2022).

## VI. Conclusões

Em concordância com os resultados obtidos neste estudo *in vitro*, concluiu-se que:

- ⇒ Há diferenças entre os dois adesivos após envelhecimento térmico de 10 000 ciclos, sendo o desempenho do SBU superior ao OEB;
- ⇒ Em ambos os grupos experimentais, as falhas adesivas foram as mais frequentes;
- ⇒ As imagens obtidas através do MEV demonstraram que o grupo experimental SBU apresentam uma melhor impregnação do adesivo na dentina quando comparado com o grupo experimental OEB.



## VII. Referências Bibliográficas

- Ahmed, M. H., Esteban, D. A., Attik, N., & Awad, M. M. (2025). Nanomechanical interlocking mechanism of 10-MDP nanolayering. *Scientific Reports*, 15(1). <https://doi.org/10.1038/s41598-025-14181-y>
- Alghamdi, N. S., Alamoudi, R. A., Baba, S. M., Mattoo, K., Abu Hawi, R. H., Ali, W. N., Almadhlami, N. M. H., & Lahiq, A. M. A. (2023). A Scanning Electron Microscopy Study Comparing 3 Obturation Techniques to Seal Dentin to Root Canal Bioceramic Sealer in 30 Freshly Extracted Mandibular Second Premolars. *Medical Science Monitor*, 29. <https://doi.org/10.12659/MSM.940599>
- Alkattan, R. (2023). Adhesion to enamel and dentine: an update. *Primary dental journal*, 12(3), 33–42. <https://doi.org/10.1177/20501684231196756>
- Alomran, W. K., Nizami, M. Z. I., Xu, H. H. K., & Sun, J. (2025). Evolution of Dental Resin Adhesives—A Comprehensive Review. Em *Journal of Functional Biomaterials* (Vol. 16, Número 3). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). <https://doi.org/10.3390/jfb16030104>
- Amaral, F. L. B., Colucci, V., Palma-Dibb, R. G., & Corona, S. A. M. (2007). Assessment of in vitro methods used to promote adhesive interface degradation: A critical review. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 19(6), 340–353. <https://doi.org/10.1111/j.1708-8240.2007.00134.x>
- Arana-Chavez, V. E., & Castro-Filice, L. S. (2019). Transmission Electron Microscopy (TEM) and Scanning Electron Microscopy (SEM) for the Examination of Dental Hard Tissues. *Methods in molecular biology* (Clifton, N.J.), 1922, 325–332. [https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9012-2\\_29](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9012-2_29)
- Arandi, N. Z. (2023). The Classification and Selection of Adhesive Agents; an Overview for the General Dentist. Em *Clinical, Cosmetic and Investigational Dentistry* (Vol. 15, pp. 165–180). Dove Medical Press Ltd. <https://doi.org/10.2147/CCIDE.S425024>
- Armstrong, S., Breschi, L., Özcan, M., Pfefferkorn, F., Ferrari, M., & Van Meerbeek, B. (2017). Academy of Dental Materials guidance on in vitro testing of dental composite bonding effectiveness to dentin/enamel using micro-tensile

- bond strength ( $\mu$ TBS) approach. *Dental Materials*, 33(2), 133–143. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2016.11.015>
- Bartlett, J. D. (2013). Dental Enamel Development: Proteinases and Their Enamel Matrix Substrates. *ISRN Dentistry*, 2013, 1–24. <https://doi.org/10.1155/2013/684607>
- Bedran-de-Castro, A. K. B., Pereira, P. N. R., Pimenta, L. A. F., & Thompson, J. Y. (2004). Effect of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strength of a total-etch adhesive system. *Operative dentistry*, 29(2), 150–156.
- Beltrami, R., Chiesa, M., Scribante, A., Allegretti, J., & Poggio, C. (2016). Comparison of shear bond strength of universal adhesives on etched and nonetched enamel. *Journal of Applied Biomaterials and Functional Materials*, 14(1), e78–e83. <https://doi.org/10.5301/jabfm.5000261>
- Betancourt, D. E., Baldion, P. A., & Castellanos, J. E. (2019). Resin-dentin bonding interface: Mechanisms of degradation and strategies for stabilization of the hybrid layer. Em *International Journal of Biomaterials* (Vol. 2019). Hindawi Limited. <https://doi.org/10.1155/2019/5268342>
- Breschi, L., Mazzoni, A., Ruggeri, A., Cadenaro, M., Di Lenarda, R., & De Stefano Dorigo, E. (2008). Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dental materials: official publication of the Academy of Dental Materials*, 24(1), 90–101. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009>
- Buonocore, M. G. (1955). A Simple Method of Increasing the Adhesion of Acrylic Filling Materials to Enamel Surfaces. *Journal of Dental Research*, 34(6), 849–853. <https://doi.org/10.1177/00220345550340060801>
- Carrilho, E., Cardoso, M., Ferreira, M. M., Marto, C. M., Paula, A., & Coelho, A. S. (2019). 10-MDP based dental adhesives: Adhesive interface characterization and adhesive stability-A systematic review. Em *Materials* (Vol. 12, Número 5). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/ma12050790>
- Daneshkazemi, A. R., Davari, A. R., Ataei, E., Dastjerdi, F., & Hajighasemi, E. (2013). Effects of mechanical and thermal load cycling on micro tensile bond strength of clearfil SE bond to superficial dentin. Em *Dental Research Journal* (Vol. 10).
- De Munck, J., Van Landuyt, K., Peumans, M., Poitevin, A., Lambrechts, P., Braem, M., & Van Meerbeek, B. (2005). A critical review of the durability of adhesion

- to tooth tissue: methods and results. *Journal of dental research*, 84(2), 118–132.  
<https://doi.org/10.1177/154405910508400204>
- de Souza Balbinot, G., Celeste, R. K., Leitune, V. C. B., & Collares, F. M. (2022). Impact of economic factors and knowledge translation on public procurement for dental adhesive systems. *Brazilian Oral Research*, 36.  
<https://doi.org/10.1590/1807-3107BOR-2022.VOL36.0020>
- El-Araby, A. M., & Talic, Y. F. (2007). The effect of thermocycling on the adhesion of self-etching adhesives on dental enamel and dentin. *The journal of contemporary dental practice*, 8(2), 17–24.
- Elkaffas, Ali. A., Hamama, H. H. H., & Mahmoud, S. H. (2018). Do universal adhesives promote bonding to dentin? A systematic review and meta-analysis. *Restorative Dentistry & Endodontics*, 43(3).  
<https://doi.org/10.5395/rde.2018.43.e29>
- Fischer, E. R., Hansen, B. T., Nair, V., Hoyt, F. H., & Dorward, D. W. (2012). Scanning electron microscopy. *Current Protocols in Microbiology*, SUPPL.25.  
<https://doi.org/10.1002/9780471729259.mc02b02s25>
- Ghajari, M. F., Ghasemi, A., Badiee, M., Abdolazimi, Z., & Baghban, A. A. (2019). Microshear bond strength of scotchbond universal adhesive to primary and permanent dentin: A six-month in vitro study. *Frontiers in Dentistry*, 16(3), 173–180. <https://doi.org/10.18502/fid.v16i3.1588>
- Giannini, M., Makishi, P., Ayres, A. P. A., Vermelho, P. M., Fronza, B. M., Nikaido, T., & Tagami, J. (2015). Self-Etch adhesive systems: A literature review. *Em Brazilian Dental Journal* (Vol. 26, Número 1, pp. 3–10). Associação Brasileira de Divulgação Científica. <https://doi.org/10.1590/0103-6440201302442>
- Goldberg, M., Kulkarni, A. B., Young, M., & Boskey, A. (2011). Dentin: structure, composition and mineralization. *Frontiers in bioscience (Elite edition)*, 3(2), 711–735. <https://doi.org/10.2741/e281>
- Hardan, L., Bourgi, R., Kharouf, N., Mancino, D., Zarow, M., Jakubowicz, N., Haikel, Y., & Cuevas-Suárez, C. E. (2021). Bond strength of universal adhesives to dentin: A systematic review and meta-analysis. *Em Polymers* (Vol. 13, Número 5, pp. 1–35). MDPI AG. <https://doi.org/10.3390/polym13050814>
- Hidari, T., Takamizawa, T., Imai, A., Hirokane, E., Ishii, R., Tsujimoto, A., Suzuki, T., & Miyazaki, M. (2020). Role of the functional monomer 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate in dentin bond durability of

- universal adhesives in etch-&-rinse mode. *Dental Materials Journal*, 39(4), 616–623. <https://doi.org/10.4012/dmj.2019-154>
- ISO 11405. (2015). *Dentistry — Testing of adhesion to tooth structure*. International Standards Organisation, 2015(third edition).
- Koup, M. A., & Blatz, M. B. (2024). The Selective Enamel Etch Technique. *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)*, 45(5), 243–246; quiz 247.
- Kuntze, M. M., Mendes Souza, B. D., Schmidt, T. F., de Almeida, J., Bortoluzzi, E. A., & Felipe, W. T. (2020). Scanning electron microscopy evaluation of dentin ultrastructure after surface demineralization. *Journal of conservative dentistry : JCD*, 23(5), 512–517. [https://doi.org/10.4103/JCD.JCD\\_102\\_19](https://doi.org/10.4103/JCD.JCD_102_19)
- Levrini, L., Di Benedetto, G., & Raspanti, M. (2014). Dental wear: A scanning electron microscope study. *BioMed Research International*, 2014. <https://doi.org/10.1155/2014/340425>
- Malcangi, G., Patano, A., Morolla, R., De Santis, M., Piras, F., Settanni, V., Mancini, A., Di Venere, D., Inchingolo, F., Inchingolo, A. D., Dipalma, G., & Inchingolo, A. M. (2023). Analysis of Dental Enamel Remineralization: A Systematic Review of Technique Comparisons. *Em Bioengineering (Vol. 10, Número 4)*. MDPI. <https://doi.org/10.3390/bioengineering10040472>
- Mitsui, F. H. O., Peris, A. R., Cavalcanti, A. N., Marchi, G. M., & Pimenta, L. A. F. (2006). Influence of thermal and mechanical load cycling on microtensile bond strengths of total and self-etching adhesive systems. *Operative dentistry*, 31(2), 240–247. <https://doi.org/10.2341/05-20>
- Mokeem, L. S., Martini Garcia, I., Balhaddad, A. A., Lan, Y., Seifu, D., Weir, M. D., & Melo, M. A. (2024). Multifunctional Dental Adhesives Formulated with Silane-Coated Magnetic Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>@m-SiO<sub>2</sub> Core-Shell Particles to Counteract Adhesive Interfacial Breakdown. *ACS applied materials & interfaces*, 16(2), 2120–2139. <https://doi.org/10.1021/acsami.3c15157>
- Nakabayashi, N. (1992). The hybrid layer: a resin-dentin composite. *Proceedings of the Finnish Dental Society. Suomen Hammaslaakariseuran toimituksia*, 88 Suppl 1, 321–329.
- Naumova, E. A., Ernst, S., Schaper, K., Arnold, W. H., & Piwowarczyk, A. (2016). Adhesion of different resin cements to enamel and dentin. *Dental Materials Journal*, 35(3), 345–352. <https://doi.org/10.4012/dmj.2015-174>

- Nawrocka, A., Piwonski, I., Sauro, S., Porcelli, A., Hardan, L., & Lukomska-Szymanska, M. (2021). Traditional microscopic techniques employed in dental adhesion research-applications and protocols of specimen preparation. *Biosensors*, 11(11). <https://doi.org/10.3390/bios11110408>
- Ozer, F., & Blatz, M. B. (2013). Self-etch and etch-and-rinse adhesive systems in clinical dentistry. *Compendium of continuing education in dentistry (Jamesburg, N.J. : 1995)*, 34(1), 12–14, 16, 18; quiz 20, 30.
- Pashley, D. H., Carvalho, R. M., Sano, H., Nakajima, M., Yoshiyama, M., Shono, Y., Fernandes, C. A., & Tay, F. (1999). The microtensile bond test: a review. *The journal of adhesive dentistry*, 1(4), 299–309.
- Pashley, D. H., Tay, F. R., Breschi, L., Tjäderhane, L., Carvalho, R. M., Carrilho, M., & Tezvergil-Mutluay, A. (2011). State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials*, 27(1), 1–16. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.016>
- Perdigão, J. (2020). Current perspectives on dental adhesion: (1) Dentin adhesion – not there yet. *Em Japanese Dental Science Review (Vol. 56, Número 1, pp. 190–207)*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2020.08.004>
- Perdigão, J., Muñoz, M. A., Sezinando, A., Luque-Martinez, I. V., Staichak, R., Reis, A., & Loguercio, A. D. (2014). Immediate adhesive properties to dentin and enamel of a universal adhesive associated with a hydrophobic resin coat. *Operative Dentistry*, 39(5), 489–499. <https://doi.org/10.2341/13-203-LR>
- Risnes, S., Saeed, M., & Sehic, A. (2019). Scanning Electron Microscopy (SEM) Methods for Dental Enamel. *Methods in molecular biology (Clifton, N.J.)*, 1922, 293–308. [https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9012-2\\_27](https://doi.org/10.1007/978-1-4939-9012-2_27)
- Roeder, L., Pereira, P. N. R., Yamamoto, T., Ilie, N., Armstrong, S., & Ferracane, J. (2011). Spotlight on bond strength testing - Unraveling the complexities. *Em Dental Materials (Vol. 27, Número 12, pp. 1197–1203)*. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2011.08.396>
- Saikaew, P., Sattabanasuk, V., Harnirattisai, C., Chowdhury, A. F. M. A., Carvalho, R., & Sano, H. (2022). Role of the smear layer in adhesive dentistry and the clinical applications to improve bonding performance. *Em Japanese Dental Science Review (Vol. 58, pp. 59–66)*. Elsevier Ltd. <https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2021.12.001>
- Sangwichit, K., Kingkaew, R., Pongprueksa, P., & Senawongse, P. (2016). Effect of thermocycling on the durability of etch-and-rinse and self-etch adhesives on

- dentin. *Dental materials journal*, 35(3), 360–368.  
<https://doi.org/10.4012/dmj.2015-253>
- Sano, H., Chowdhury, A. F. M. A., Saikaew, P., Matsumoto, M., Hoshika, S., & Yamauti, M. (2020). The microtensile bond strength test: Its historical background and application to bond testing. *Em Japanese Dental Science Review* (Vol. 56, Número 1, pp. 24–31). Elsevier Ltd.  
<https://doi.org/10.1016/j.jdsr.2019.10.001>
- Sano, H., Shono, T., Sonoda, H., Takatsu, T., Ciucchi, B., Carvalho, R., & Pashley, D. H. (1994). Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength--evaluation of a micro-tensile bond test. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, 10(4), 236–240.  
[https://doi.org/10.1016/0109-5641\(94\)90067-1](https://doi.org/10.1016/0109-5641(94)90067-1)
- Shafigh, E., Mahdavi, M. R., & Nasiri, R. (2020). Evaluation and Comparison of Micro Shear of 5<sup>th</sup>, 7<sup>th</sup> and 8<sup>th</sup> Generation Bonding Agents in Dentin (In Vitro Study).
- Sofan, E., Sofan, A., Palaia, G., Tenore, G., Romeo, U., & Migliau, G. (2017). -. *Em Annali di Stomatologia: Vol. VIII (Número 1)*.
- Stape, T. H. S., Wik, P., Mutluay, M. M., Al-Ani, A. A. S., & Tezvergil-Mutluay, A. (2018). Selective dentin etching: A potential method to improve bonding effectiveness of universal adhesives. *Journal of the mechanical behavior of biomedical materials*, 86, 14–22. <https://doi.org/10.1016/j.jmbbm.2018.06.015>
- Stefanova, N., & Wenning, G. K. (2023). Multiple system atrophy: at the crossroads of cellular, molecular and genetic mechanisms. *Nature reviews. Neuroscience*, 24(6), 334–346. <https://doi.org/10.1038/s41583-023-00697-7>
- Tichý, A., Yang, Y., Sayed, M., Shimada, Y., Hosaka, K., & Tichy, A. (2023). The Effect of Bonding Strategy and Aging on Adhesion to Primary Enamel: An In-Vitro Study. *J Adhes Dent*, 25, 187–194.  
<https://doi.org/10.3290/j.jad.b4515497>
- Van Meerbeek, B., Yoshihara, K., Yoshida, Y., Mine, A., De Munck, J., & Van Landuyt, K. L. (2011). State of the art of self-etch adhesives. *Dental materials : official publication of the Academy of Dental Materials*, 27(1), 17–28.  
<https://doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023>

- Wiegand, A., Lechte, C., & Kanzow, P. (2021). Adhesion to eroded enamel and dentin: systematic review and meta-analysis. *Dental Materials*, 37(12), 1845–1853. <https://doi.org/10.1016/j.dental.2021.09.014>
- Wright, J. T. (2023). Enamel Phenotypes: Genetic and Environmental Determinants. Em *Genes* (Vol. 14, Número 3). Multidisciplinary Digital Publishing Institute (MDPI). <https://doi.org/10.3390/genes14030545>
- Yazici, A. R., Yildirim, Z., Ertan, A., Ozgunaltay, G., Dayangac, B., Antonson, S. A., & Antonson, D. E. (sem data). *European Journal of Dentistry* 280.
- Yousef, M. K., & Khoja, N. H. (2009). Repair and Replacement Perception of Dental Restorations. Em *JKAU: Med. Sci* (Vol. 16, Número 2).
- Zhao, Z., Wang, Q., Zhao, J., Zhao, B., Ma, Z., & Zhang, C. (2021). Adhesion of Teeth. Em *Frontiers in Materials* (Vol. 7). Frontiers Media S.A. <https://doi.org/10.3389/fmats.2020.615225>



## VIII. ANEXOS

**Anexo I** – Parecer de acesso ao Laboratório de Biomateriais e do Centro de Microscopia Eletrónica e Histopatologia da Egas Moniz *School of Health & Science* na plataforma *MyAgir*.

The screenshot displays the MyAgir interface for a thesis proposal (PT-573/24) submitted by Catarina Carreiras on 20/11/2024. The workflow is currently at the 'Direção de Laboratórios' step, which is highlighted in blue. A green 'Aprovado' (Approved) banner is visible on the right side of the interface.

Below the workflow, there is a table titled 'Lista de pareceres dos Laboratórios' (List of laboratory opinions). The table has columns for 'Tipo de parecer', 'Laboratório', 'Link', 'Atual', and 'Estado'.

Tipo de parecer	Laboratório	Link	Atual	Estado
Parecer Laboratório	Mário Polido	Ver PL	Não	Parecer positivo
Parecer Laboratório	Mário Polido	Ver PL	Sim	Parecer positivo

On the right side, a vertical flowchart shows the approval process steps: INÍCIO, Submissão de pedido de proposta de tese, Parecer Orientação - Proposta de Tese, Parecer do ROT - Proposta de Tese, Aprovação de Custos, Aprovação da Direção Clínica - Proposta de Tese, and Aprovação da Direção de Laboratórios - Proposta de Tese.

**Anexo II** – Parecer da Comissão de Ética da Egas Moniz *School of Health & Science*.

The screenshot shows an ethics committee opinion letter from Egas Moniz School of Health & Science. The letter is addressed to Ex.ma Senhora Catarina Filipe Moreno Carreiras, dated Monte de Caparica, 7 de março de 2025.

The letter states: "Em resposta ao Pedido de Parecer que submeteu à apreciação da Comissão de Ética da Egas Moniz, com o tema denominado: 'Resistência adesiva à dentina por microtração de um sistema adesivo de baixo custo após envelhecimento', foi aprovado."

The letter is signed by the President of the Ethics Committee, Prof.ª Doutora Ana Filipa Vicente.

At the bottom, the contact information for Egas Moniz is provided: EGAS MONIZ – COOPERATIVA DE ENSINO SUPERIOR, CRL, Campus Universitário – Quinta da Granja – Monte de Caparica, 2829-511 Caparica.

**Anexo III – Materiais utilizados nesta investigação**



**Figura 1** - Solução de cloramina-T trihidratada a 1 % (v/v).



**Figura 2** – Frasco de armazenamento dos dentes em água destilada.



**Figura 3** – Bastão de cera colante (Kement, Swindon,UK).



**Figura 4** – Spray ativador e cola rápida de cianoacrilato (Wurth, Künzelsau, Alemanha).