

**UNIVERSIDADE DE BRASÍLIA**  
**FACULDADE DE CIÊNCIAS DA SAÚDE**  
**PROGRAMA DE PÓS GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS DA SAÚDE**

SAMUEL RODRIGUES FERREIRA GOMES

RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO TESTE DE CISALHAMENTO DE UM SISTEMA  
ADESIVO UNIVERSAL MULTI-MODO

Dissertação apresentada como requisito para  
Obtenção do título de Mestre em Ciências da  
Saúde Pelo programa de Pós-Graduação em  
Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Orientador: Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert

Brasília  
2013

SAMUEL RODRIGUES FERREIRA GOMES

RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO TESTE DE CISALHAMENTO DE UM SISTEMA  
ADESIVO UNIVERSAL MULTI-MODO

Dissertação apresentada como requisito para  
Obtenção do título de Mestre em Ciências da  
Saúde Pelo programa de Pós-Graduação em  
Ciências da Saúde da Universidade de Brasília.

Aprovado em: \_\_\_/\_\_\_/\_\_\_\_\_

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. Leandro Augusto Hilgert  
Universidade de Brasília

Prof. Dra. Patrícia Nobrega Rodrigues Pereira  
Universidade de Brasília

Prof. Dr. Junio Santos Almeida e Silva  
Universidade de Brasília

### **Dedico este trabalho:**

A Jesus Cristo, que sempre esteve ao meu lado independente da situação, me dando forças, coragem e saúde para continuar a caminhada com fé.

Aos meus pais, que sempre acreditaram em mim, que sempre me acolheram com muito amor e dedicação, que nunca negaram esforços para me ajudar.

A minha Esposa querida, Géssica, que me acompanhou de pertinho toda essa jornada, que enfrentou comigo as situações de batalhas e de sorrisos, que a todo tempo me deu forças, atenção e amor.

A minha Irmã, Carolina, por me ajudar com muito trabalho e dedicação, para que eu pudesse focar neste estudo.

Ao meu irmão, Arthur, sempre prestativo nas necessidades.

A minha família, que tem sido o meu alicerce.

Aos meus clientes, que usufruirão desse tempo de aprendizado.

## **AGRADECIMENTOS**

Agradeço ao único digno de toda Honra, Glória e Poder. Pois sem a presença de Deus em minha vida, as coisas não teriam sentido.

Agradeço ao Prof. Leandro Hilgert, por ter me apoiado e acreditado em meu trabalho.

Agradeço a Prof. Patrícia Pereira, pela dedicação e empenho pra que esse trabalho pudesse ser executado.

Agradeço a Prof. Aline Ursula, pelo carinho e auxílio na hora da necessidade.

Agradeço aos Professores, os quais tive o prazer de conhece-los nessa jornada de aprendizado.

Agradeço a Mara, consultora da 3M, que sempre esteve a disposição para me ajudar.

Agradeço a minha amiga Juliana Fiuza, que foi uma parceira imprescindível.

Agradeço a todos os funcionários e parceiros da UNB, que me deram todo o suporte para que o trabalho acontecesse.

**Muitas vezes, as pessoas não sabem o que querem  
até que se mostre a elas o que necessitam.**

**Steve Jobs**

## RESUMO

Este estudo avaliou a resistência de união (RU) de um novo sistema adesivo universal multi-modo aplicado sobre diferentes métodos de pré-tratamentos de dentina (dentina condicionada seca, dentina condicionada úmida e autocondicionante) e comparado à RU de outros sistemas adesivos comerciais. Após expor a dentina média de 144 dentes incisivos bovinos, estes foram divididos aleatoriamente de acordo com os métodos de pré tratamento de dentina: Grupo DRY (condicione e lave - dentina seca), Grupo MOIST( condicione e lave - dentina úmida) e Grupo SE (autocondicionante). Esses grupos foram subdivididos de acordo com os sistemas adesivos utilizados (n=12). Todos os grupos foram submetidos ao teste de resistência ao cisalhamento. Os adesivos foram fotoativados com um aparelho fotopolimerizador LED (Gnatus Optilight Max, Brasil) por 20 segundos. Os espécimes foram colocados em um dispositivo Ultradent com um molde cilíndrico de 2.38 mm de diâmetro (Ultradent, EUA). O molde foi preenchido com incrementos de 2mm de resina composta Z100 (3M ESPE, EUA) e fotopolimerizado por 40 segundos. As amostras foram estocadas em água a 37° C durante 24 horas. O teste foi realizado com uma máquina para testes de cisalhamento (Shear Tester, Bisco, EUA) com velocidade de 0.5mm por minuto. Modos de falha foram avaliados por meio de um microscópio estereoscópio em 40x (Stemi 2000, Zeis, Alemanha) e classificado como adesivo/misto ou coesivo em dentina. Todos os dados foram analisados por análise de variância (ANOVA) e análises *post hoc* de Tukey (p<0,05). O novo sistema adesivo multi-modo demonstrou resultados estatisticamente similares para dentina condicionada úmida, condicionada seca e em modo autocondicionante. Os resultados obtidos foram semelhantes ao adesivo de três passos padrão ouro do modo condicione e lave em dentina úmida e também ao adesivo de dois passos padrão ouro no modo autocondicionante.

## ABSTRACT

This study evaluate bond strengths of a new multi-mode universal adhesive system to dentin, with different pre-treatment methods (etched-dry dentin, etched-moist dentin, and self-etched dentin) as compared to other commercially available systems. 144 extracted bovine incisors were embedded for shear bond test and ground flat to expose middle dentin. The teeth were randomly divided according to the dentin pre- treatment strategies: Group DRY (etch-and-rinse + dry dentin), Group MOIST (etch-and- rinse + moist dentin), and Group SE (used in the self-etch mode). These groups were further subdivided into subgroups according to the adhesive system used (n=12). All adhesives were light-cured with an LED light-curing unit (Gnatus Optilight Max, Brazil) for 20 seconds. The specimens were placed in an Ultradent Jig with a cylindrical Teflon mold with 2.38 mm diameter (Ultradent, USA). The mold was filled with a 2-mm increment of Z100 composite resin (3M ESPE, USA), and light-cured for 40 seconds. The specimens were stored in water at 37°C for 24 hours. Shear bond strength was tested using a Shear Tester (Bisco, USA) at crosshead speed of 0.5mm/min. Failure modes were evaluated using a stereomicroscope at 40x (Stemi 2000, Zeis, Germany) and classified as adhesive/ mixed, or cohesive in dentin. All data were analyzed with one-way analysis of variance (ANOVA), and pairwise comparisos were made with the post-hoc Tukey's test (p<0.05). The new multi-mode adhesive system showed statistically similar bond strengths to etch- and-moist, etch-and-dry dentin, and in self-etch mode. These results were similar to the etch-and-rinse gold standard on moist dentin, and to the two-step self-etch gold standard when used in the self-etch mode. Key Words: Dentin bonding, Universal Adhesives, Shear Bond Strength, Multi-mode adhesive systems

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO -----	09
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA -----	12
2.1 Dentina -----	12
2.2 Adesão em dentina -----	13
2.3 Sistemas Adesivos -----	14
2.3.1 Sistemas adesivos autocondicionantes -----	16
3 OBJETIVOS -----	20
4 MATERIAIS E MÉTODOS -----	21
5 RESULTADOS -----	25
6 DISCUSSÃO -----	27
7 CONCLUSÕES -----	31
8 REFERÊNCIAS -----	32
APÊNDICE A -----	39



## 1 INTRODUÇÃO

A odontologia restauradora teve o seu grande impulso desde que a aplicação do ácido em esmalte foi preconizada por Buonocore (1). Devido ao sucesso do procedimento, tentou-se o mesmo em dentina, criando assim o primeiro adesivo dentinário em 1956, desde então os adesivos têm evoluído na tentativa de propiciar restaurações efetivas e duradouras, com o desenvolvimento de vários e diferentes sistemas (2). Desde que Fusayama em 1979 sugeriu a técnica de condicionamento ácido total, no qual o condicionamento é simultâneo em esmalte e dentina, a técnica *total-etch* tem sido amplamente aceita e aperfeiçoada devido à contínua pesquisa nesta área (3).

Os sistemas adesivos, podem ser agrupados de acordo com a técnica de condicionamento (4). Segundo Van Meerbeek (5), são três os principais grupos: Condicione e lave, Autocondicionantes e ionômeros de vidro. Os dois primeiros grupos podem ser subclassificados em: três-passos (condicione e lave), dois-passos (condicione e lave), dois-passos (autocondicionante) e passo-único (autocondicionante).

No passado, alguns consideravam que o sucesso de uma boa adesão estava na profundidade da desmineralização da dentina, causada pelo condicionamento ácido, e na extensão de impregnação dos monômeros através dessa zona de descalcificação.(6). Entretanto, quando a profundidade da desmineralização é maior que o alcance da impregnação dos monômeros através da mesma, uma área de fibrilas colágenas com ausência de hidroxiapatita fica exposta e não é infiltrada pela resina (7). A impregnação incompleta das fibras de colágeno e a necessidade de protegê-las contra os mecanismos de degradação presentes no meio da cavidade oral levou ao desenvolvimento de sistemas adesivos utilizando a estratégia de autocondicionamento (6,8). Esses adesivos autocondicionantes dissolvem apenas parcialmente a smear layer e não desmineralizam a dentina de maneira tão profunda como os adesivos condicione e lave. A incorporação da smear layer, resina, colágeno e minerais dentro da camada híbrida, parecem impedir a sensibilidade pós-operatória que pode ocorrer com o sistema adesivo condicione e lave devido a incompleta infiltração dos monômeros dentro da rede de colágeno (9).

Por outro lado, os adesivos autocondicionantes não condicionam o esmalte com a mesma intensidade do ácido fosfórico, o que resulta em menor resistência de união. Para superar esta limitação, um condicionamento seletivo nas margens de esmalte tem sido recomendado antes da utilização de adesivos autocondicionantes. (6,9,10,11)

Recentemente, um novo adesivo universal multi-modo foi apresentado ao mercado com a sugestão de uso tanto em dentina condicionada (seca ou úmida) como na forma de autocondicionante. Empresas têm investido cada vez mais nessa nova categoria de adesivo com os objetivos de simplificar o procedimento clínico, diminuir a técnica de sensibilidade e reduzir o tempo de manipulação (11). O simples procedimento clínico do adesivo universal multi-modo de frasco único requer que o mesmo apresente em sua composição uma complexa mistura química (12). Em sua composição encontra-se: água, álcool, copolímero Vitrebond (3M ESPE), 10 MDP, entre outros. O 10-MDP (Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) é de alto peso molecular e interage intensamente com o Ca da hidroxiapatita por meio de ligações iônicas (13). Como produto desta interação formam-se os sais de MDP-Ca que têm se mostrado bastante estáveis (14).

Já o copolímero Vitrebond se liga ao Ca na região superficial da camada híbrida para proporcionar estabilidade de água para o sistema adesivo. O mesmo mantém a rede de colágeno hidratada mantendo o espaço interfibrilar e com isso a permeabilidade dos monômeros na superfície dentinária é aumentada (15).

Além dos avanços das composições químicas dos sistemas adesivos, estudos relatam que a técnica de aplicação dos mesmos sobre a dentina também melhora o desempenho dos adesivos em relação à resistência de união (16). A aplicação ativa ligeira e vigorosa aumenta a cinética permitindo maior difusão dos monômeros entre a rede de colágeno, o que parece aumentar a resistência da interface adesiva à degradação (17,18).

A adesão à dentina vem sendo vastamente estudada por ter características peculiares que a torna mais difícil para se obter sucesso quando comparada ao esmalte. Sabe-se que a dentina é um substrato dinâmico e complexo. Ela, ao contrário do esmalte, apresenta alto conteúdo orgânico e é essencialmente úmida (19). Após o condicionamento ácido da dentina é necessário um padrão de umidade remanescente. A água em excesso dissolve os monômeros, acelera a degradação da camada adesiva e aumenta a possibilidade de microinfiltração. Por outro lado,

Reis et al., (2003) (20), relata que a dentina seca dificulta a permeabilidade do monômero na rede de colágeno por haver um colapso das fibrilas através de ligações peptídicas fracas (16,21). Hoje, normalmente, os clínicos devem optar por um sistema adesivo condicione e lave ou por sistema de adesivo autocondicionante. Assim, um adesivo que pode ser aplicado em ambas estratégias é desejável, o que é o caso do adesivo multi-modo (11).

Este estudo tem como objetivo avaliar a força de união desse novo sistema adesivo multi-modo quando aplicado em diferentes pré-tratamentos de dentina (condicionada e úmida; condicionada e seca; e no modo autocondicionante), assim como compará-lo a outros sistemas adesivos presentes no mercado.

As hipóteses nulas são: 1- O novo adesivo universal multi-modo não apresentará diferença em sua resistência de união à dentina condicionada úmida ou seca; 2- no modo autocondicionante, a resistência de união do adesivo universal multi-modo não será diferente da RU do sistema adesivo Clearfil SE Bond, tido como padrão ouro.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

### 2.1 DENTINA

A dentina é formada por células denominadas odontoblastos, que se diferenciam a partir de células ectomesenquimais da papila dentária, sob a influência organizadora das células do epitélio dentário interno, durante a formação do germe dentário (22). Sua formação ocorre de maneira desorganizada, sem uma orientação pré-estabelecida. Além do mais a dentina é uma estrutura biológica composta por túbulos dentinários com matrizes intertubular e peritubular. Esses túbulos dentinários são preenchidos com fluido dentinário, um fluido tecidual derivado da polpa. Esta característica explica uma das dificuldades do sucesso na adesão dentinária (2). Os túbulos dentinários são revestidos por uma dentina peritubular, que é caracterizada por um elevado teor de minerais. Porém a dentina intertubular é encontrada na zona periférica à dentina peritubular separando os túbulos, e sua matriz é composta de 90 por cento de colagénio tipo I, preenchido com cristais de apatita. Muitos outros componentes orgânicos não colagênicos como fosforina, sialoproteína dentinária e glicosaminoglicanas também são encontrados, porém em menor concentração (23).

Em seu artigo, Chu et al.,(2010)(24), relata que a quantidade de dentina peritubular e intertubular varia de acordo com a profundidade da dentina. Em acordo ,Komabayashi et al., (2008)(25) demonstra que as densidades dos túbulos na dentina oclusal são em cerca de 54.000 / mm<sup>2</sup> na dentina interior, 30,000 / mm<sup>2</sup> na dentina média, e 8000/mm<sup>2</sup> na dentina superficial. O diâmetro dos túbulos eram de cerca de 1,9 µm na dentina interior, 1,4 µm na dentina média, e de 1,2 µm na dentina superficial.

De acordo com a sua localização, estrutura, característica da matriz e modificações que sofre em resposta aos diferentes estímulos ao longo da vida, a dentina pode ser classificada em: dentina esclerótica, dentina terciária reacional, dentina terciária reparativa e dentina afetada por cárie (3,26,27).

A dentina é constituída por 70% de matéria inorgânica, 18% de matéria orgânica e 12% de água. Devido á sua alta densidade e sua constituição mineral, de 30 a 50% do seu volume são ocupados por matéria orgânica, conferindo a água 20% do volume total ocupado. Ao ser desmineralizada, a dentina tem sua concentração de água aumenta em cerca de 50 a 70% em volume e isso tem

implicação direta nas suas propriedades mecânicas e no processo adesivo (22).

## 2.2 ADESÃO EM DENTINA

O mecanismo de adesão dos sistemas adesivos em dentina, basicamente envolve a substituição de minerais removido do tecido dentinário por monômeros de resina, de tal forma que torna-se um polímero interligado micro-mecanicamente ao substrato dentário (6).

A adesão na dentina é mais difícil que no esmalte devido à sua composição orgânica e umidade contida nos túbulos dentinários, pois esses túbulos encontram-se preenchidos por fluido tubular proveniente da polpa dentária (3,28,29). Segundo Grayson et al.,(30), em seu trabalho de revisão referente à dentina e suas características relacionadas à adesão, a dentina é relatada como um composto vital e complexo, cujos componentes estruturais e propriedades variam com a localização, o que pode interferir em todos os tratamentos restauradores adesivos. Sendo assim, o mesmo sistema adesivo pode apresentar diferentes valores de adesão quando aplicados em regiões distintas do substrato dentinário.

Antigamente, alguns consideravam que o sucesso de uma boa adesão estava na profundidade da desmineralização da dentina, causada pelo condicionamento ácido, e na extensão de impregnação dos monômeros através dessa zona de descalcificação.(6) Tal fato, se dá na técnica de condicionamento total, onde a fase mineral da superfície dentinária e algumas proteínas não-colagenosas são solubilizadas, e parte das proteínas são removidas, expondo a rede colágena da matriz da dentina desmineralizada, ficando mais macia e elástica. Atualmente, sabe-se, que a adesividade em dentina pode ocorrer por ação química, o monômero 10-MDP tem demonstrado resultados estáveis na superfície de dentina sem que haja o condicionamento prévio pela aplicação do ácido fosfórico. O sucesso do 10-MDP foi relatado na literatura. A sua ligação química intrínseca, combinada com as boas propriedades mecânicas e elevada taxa de conversão de uma resina hidrofóbica, resultou em um muito bom comportamento clínico do Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray, Osaka, Japão), o que faz ser padrão-ouro há mais de dez anos (59).

## 2.3 SISTEMAS ADESIVOS

A união dos sistemas adesivos ao esmalte e dentina está relacionada com a remoção de minerais dos tecidos duros dentais e com a penetração de monômeros resinosos nestas microporosidades, resultando na retenção micromecânica do adesivo (31). O processo adesivo é um procedimento altamente complexo devido a interrelação entre dentina e o material adesivo e a difícil manutenção de uma união estável ao longo do tempo (32). Por ser morfológica e fisiologicamente mais dinâmica que o esmalte, a dentina torna-se mais difícil para a adesão (33). Estas diferenças levaram ao desenvolvimento de várias gerações de adesivos dentais até os sistemas atualmente disponíveis, que utilizam o condicionamento ácido total do esmalte e dentina. Este fato tornou possível a execução de restaurações mais estéticas, com melhor selamento marginal, resistência e maior longevidade que aquelas realizadas com os sistemas adesivos de gerações anteriores (2).

A técnica de hibridização dos tecidos dentais utilizando-se um ácido para a posterior infiltração do adesivo ficou conhecida como “condicionamento total” descrita por Fusayama em 1979, logo após, o primeiro sistema adesivo a ser aplicado com sucesso foi descrito por Nakabayashi, Kojima e Masuhara em 1982 . Os mesmos removeram a camada de esfregaço (smear layer) através da combinação do ácido cítrico 10% com o cloreto férrico 3%, tornando possível a penetração e polimerização do adesivo ao redor das fibrilas do colágeno. Entretanto, como após a aplicação do ácido é realizada a lavagem com água, atualmente o termo mais aceito para tal procedimento é *etch-and-rinse* (condicione e lave) (5).

Os sistemas adesivos da atualidade podem ser divididos em 2 grandes grupos: *etch-and-rinse* (condicione e lave) e *self-etch* (autocondicionantes) (34). Na técnica condicione e lave, o primeiro passo de aplicação consiste na aplicação de um ácido com o objetivo de remover a smear layer que se forma na superfície da dentina após o preparo cavitário, abrindo a entrada dos túbulos dentinários e promovendo uma desmineralização da camada superior da dentina com exposição das fibrilas colágenas (32). Os primeiros adesivos eram apresentados em três etapas (ácido, primer e adesivo), posteriormente simplificados para duas etapas, onde o primer e o adesivo estavam em um único frasco.

O ácido, além de ajudar a limpar a superfície com a remoção de biofilme, proporciona uma desmineralização parcial da superfície da dentina e a exposição de fibrilas de colágeno de modo a criar um espaço interfibrilar passível de ser infiltrado por monômeros resinosos e, conseqüentemente, formar a camada híbrida (38).

O primer assegura um molhamento efetivo das fibrilas colágenas expostas, remove a umidade residual da dentina sem desestruturar a malha de fibrilas de colágeno, mantendo o arranjo estrutural através do carreamento de monômeros resinosos para os espaços interfibrilares transformando uma superfície eminentemente hidrofílica em uma superfície com afinidade pelo adesivo (5). Para isso etanol ou acetona são incluídos em sua composição como veículo por serem miscíveis à água e facilitarem a difusão dos monômeros do primer na dentina ajudando a remoção da umidade (15).

O adesivo por sua vez deve preencher os poros remanescentes entre as fibrilas de colágeno, formar prolongamentos resinosos para selar os túbulos dentinários e viabilizar a reação de polimerização com quantidade suficiente de duplas ligações em grupamentos de metacrilato para copolimerizar com a camada de resina restauradora subsequente. Assim o adesivo também promove um íntimo contato entre a superfície tratada e a resina composta. Esta penetração nos túbulos, juntamente com a formação da camada híbrida, além de selar hermeticamente o complexo pulpo-dentinário, veda a entrada de microorganismos e as suas toxicinas (36).

Um fator importante para o sucesso da adesão é a correta aplicação do adesivo em diferentes condições de dentina, seca ou úmida. Sabe-se que após o condicionamento ácido dos sistemas *condicione e lave*, se aplicado um jato de ar para secagem da dentina há um colapso das fibrilas de colágeno, limitando a possibilidade de retenção micromecânica por diminuir a permeabilidade dos monômeros resinosos na rede colágena (16,21,35). O colapso acontece devido a evaporação de água da matriz colágena. Logo, há uma aproximação das fibras colágenas que formam ligações interpeptídicas fracas que tornam a matriz encolhida, dura e quase impermeável aos adesivos (37). Para recriar os espaços interfibrilares para que haja a infiltração da resina, a solução monômero/solvente do adesivo deve ser capaz de quebrar tais ligações interpeptídicas (31). O parâmetro de solubilidade de Hansen demonstra que é necessário uma força de  $19,0 \text{ J/cm}^3$  para que essas ligações de hidrogênio possam ser quebradas. A água sua

apresenta um valor de  $37,3 \text{ j/cm}^3$ , enquanto a acetona  $7,0 \text{ j/cm}^3$ . Esse fato explica por que os adesivos à base de acetona resultam em forças de adesão menores quando aplicado sobre dentina seca em comparação com a dentina úmida (20).

O risco de colapso das fibras de colágeno é uma das desvantagens do sistema adesivo *condicione e lave*, esse colapso pode ser evitado mantendo a umidade da dentina desmineralizada, o que é uma tarefa difícil de ser realizada clinicamente.

### 2.3.1 Sistemas Adesivos Autocondicionantes

Atualmente, há duas estratégias para a técnica adesiva: uma implica na total remoção da camada de esfregaço (*condicione e lave*) e a outra incorpora esta camada na interface adesiva (autocondicionantes). Independente da técnica adotada, o mecanismo básico de adesão ao esmalte e à dentina é essencialmente um processo de substituição de minerais removidos da estrutura dental por monômeros resinosos que devem polimerizar promovendo retenção micro-mecânica nas porosidades criadas. (Van meerbeek et al., 2005) Para que isso ocorra, os sistemas adesivos possuem alguns componentes em comum, como: condicionador ácido, primer, adesivo, solventes e fotoiniciadores.

O grupo de adesivos autocondicionantes é representado por adesivos que condicionam a *smear layer* sem removê-la, mas sim dissolvendo-a com monômeros ácidos e incorporando-a à camada híbrida (2,5). Ao contrário da estratégia *condicione e lave*, os adesivos *autocondicionantes* não utilizam um ácido separadamente para o condicionamento do substrato. A primeira etapa consiste da aplicação de um primer ácido, que não requer a lavagem e secagem, simplificando a técnica e levando a uma menor possibilidade de erros de aplicação. Em seguida, é aplicado o adesivo que, depois de polimerizado, resultará na camada híbrida (38). Com o avanço da tecnologia e pesquisas, o mercado tem apresentado adesivos autocondicionantes ainda mais simplificados, onde o primer ácido é unido ao adesivo em um único frasco, como é o caso do adesivo universal multi modo.

Com intuito de melhorar o desempenho dos adesivos autocondicionantes,



estudos sugerem uma aplicação de forma ativa sobre a superfície dentinária. Amaral et al., (2009)(18), relata em seu estudo que a aplicação ativa do adesivo pode acelerar a evaporação dos solventes presentes e ao mesmo tempo aumentar a taxa de incorporação dos monômeros na camada de esfregaço. Ao agitar o adesivo, torna-se mais suscetível o transporte dos monômeros para a parte basal da dentina e facilita-se a difusão dos monômeros para o interior das porosidades criadas pelos íons de hidrogênio (21).

Nos sistema autocondicionantes a discrepância entre a dentina condicionada e infiltrada é minimizada, uma vez que teoricamente os monômeros ácidos de sua composição são capazes de desmineralizar e simultaneamente infiltrar a dentina em toda sua profundidade, reduzindo a degradação relatada com os adesivos do tipo condicione e lave. Entretanto, sinais de nanoinfiltração também têm sido relatados na literatura para os adesivos autocondicionantes, especialmente os de passo único (38,40,41). A profundidade de dentina desmineralizada/infiltrada está relacionada com a acidez dos monômeros presentes nestes adesivos (42,43).

De acordo com sua acidez, estes adesivos podem ser classificados como fortes ( $\text{pH} \leq 1$ ), intermediários ( $\text{pH} \sim 1,5$ ), suaves ( $\text{pH} \geq 2$ ) (34) e ultra-suaves ( $\text{pH} \sim 2,5$ )(44).

Os adesivos classificados como “fortes”, são capazes de provocarem uma desmineralização à dentina similarmente ao condicionamento ácido, os demais promovem apenas um condicionamento parcial sem expor totalmente as fibrilas colágenas, deixando uma porção de hidroxiapatita ao seu redor (43,45,46).

Além da retenção micromecânica resultante da penetração do adesivo na superfície condicionada, a presença de monômeros funcionais em sua composição, como 10-MDP, 4-META e phenyl-P, vão contribuir de maneira significativa para a união química adicional com os cristais de cálcio da hidroxiapatita remanescentes. (14,45).

Da mesma maneira que aconteceu para os adesivos do tipo condicione e lave, pela tendência de simplificação da técnica, os fabricantes agruparam o primer ácido e o adesivo em um único frasco, resultando nos adesivos “autocondicionantes de 1 passo” ou também conhecidos como “autocondicionantes de passo único”. Estudos demonstram que estes adesivos apresentam uma interação menos efetiva com o substrato e menores valores de resistência de união quando comparados com seus similares de 2 passos (43,47,48).

Entretanto, com a quebra da patente do monômero 10-MDP, originalmente utilizado pela companhia Kuraray (Japão), foi desenvolvido recentemente um sistema adesivo multi-modo pela empresa 3M ESPE que o anuncia capaz de promover boa adesão mesmo utilizando a apresentação de um frasco apenas.

Van Landuyt et al., 2007(49), em uma revisão de literatura sobre a composição química dos adesivos, relata que o 10-MDP é principalmente utilizado como um monômero de condicionamento devido ao grupo di-hidrogenofosfato, que pode ser dissociado em água. Estruturalmente, a cadeia carboxílica longa torna este monômero bastante hidrofóbico. Como consequência, o etanol e a acetona são os solventes mais apropriados para este monômero. Além disso, o 10-MDP tem uma hidrólise relativamente estável, pelo fato da água ser mantida a uma certa distância. Yoshida et al., (2004)(14) demonstram que o monômero 10-MDP é capaz de formar ligações iônicas fortes com cálcio, devido à baixa taxa de dissolução do sal Ca-MDP, conferindo ao adesivo, eficácia de união e estabilidade. Iwai & Nishiyama (2012)(51), relatam em seu trabalho que a força de união de um adesivo autocondicionante depende fortemente da quantidade de MDP-Ca durante o processo de desmineralização da dentina. Afirmou também que é necessário uma concentração ótima de MDP nos adesivos autocondicionantes de único passo, pois quanto maior a quantidade de MDP, menor é o valor do Ph da solução e maior é a produção de MDP-Ca.

O adesivo universal multi-modo, além de ter o 10-MDP em sua composição, também contém o copolímero do Vitrebond. Sabe-se que este proporciona boa estabilidade de água para o sistema adesivo por um potencial dinâmico de quebrar e renovar a ligação entre os grupos carboxílicos e de cálcio. Assim, forma-se uma densa camada de elétrons na superfície dentinária que permite a manutenção da umidade na dentina desmineralizada (15). O copolímero Vitrebond também é responsável por modificar e incorporar a *smear layer* na interface adesiva, formando uma camada híbrida diferente daquela observada pelos sistemas adesivos convencionais, além do mais, condiciona a dentina subjacente funcionando como um ionômero de vidro autocondicionante. Desta forma, espera-se que nenhuma fenda ou “gap” possa se formar na dentina hibridizada (52).

### **3 OBJETIVOS**

Este estudo tem como objetivo avaliar a força de união de um novo sistema adesivo multi-modo quando aplicado em diferentes pré-tratamentos de dentina. condicionada e úmida; condicionada e seca; e no modo autocondicionante.

Também, é objetivo comparar o sistema adesivo multi-modo a outros sistemas adesivos presentes no mercado.

As hipóteses nulas são: 1- O novo adesivo universal multi-modo não apresentará diferença em sua resistência de união à dentina condicionada úmida ou seca; 2- no modo autocondicionante, a resistência de união do adesivo universal multi-modo não será diferente da apresentada pelo sistema adesivo padrão-ouro na categoria.

## 4 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste estudo, foram utilizados 144 Incisivos bovinos recentemente extraídos. As raízes foram separadas das coroas com um disco diamantado (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) montada em uma peça de mão sob irrigação de água corrente. As coroas foram embebidas em polimetilmetacrilato (PMMA), com a superfície vestibular exposta. A superfície vestibular foi desgastada com uma lixa plana até que a dentina média fosse exposta. As superfícies foram polidas com lixa de SiC de granulação 600 (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) sob água corrente. Os dentes foram divididos em diferentes grupos de acordo com as estratégias de pré-tratamento da dentina: Grupo DRY (condicione e lave + dentina seca), Grupo MOIST (condicione e lave + dentina úmida) e Grupo SE (usado no modo autocondicionante). Estes grupos foram ainda subdivididos em subgrupos, de acordo com o sistema adesivo (n = 12 por subgrupo). As recomendações do fabricante e composição de cada sistema adesivo estão listados na Tabela 1.

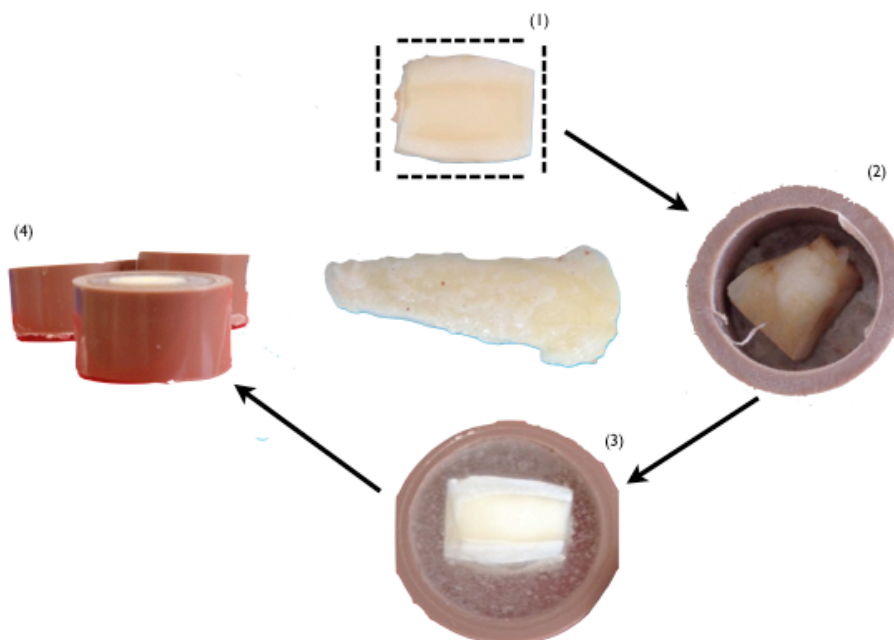


Fig.1 - (1) Secção da coroa, (2) Posicionamento no interior do cilindro, (3) Preenchimento com polimetilmetacrilato, (4) Altura de 13mm para caber na máquina de cisalhamento.

Tabela 1: Materiais adesivos, números de lote e modos de aplicação empregados no estudo

Tabela 1. Materiais adesivos, números de lote e modos de aplicação empregados no estudo		
Material (número do lote)	Composição	Modo de aplicação
Condac 37 (FGM) Lot 230712	Gel de ácido fosfórico a 37%	
Scotchbond Universal (3M ESPE) Lot 472585	MDP, resinas dimetacrilato, HEMA, metacrilato modificado, copolímero do ácido polialcenólico, carga, álcool, água, iniciadores, silano	Seca: A, B, C, H, F, I Úmida: A, B, D, H, F, I Autocondicionante: H, F, I
Clearfil SE Bond (Kuraray) Lot 01044A/01548A	Primer: água, MDP, HEMA, canforoquinona, dimetacrilatos hidrofílicos. Bond: MDP. Bis-GMA, HEMA, canforoquinona, dimetacrilatos hidrofóbicos, N,N, dietanol p-toluidna, sílica coloidal	Autocond.: E, F, G, F, I
Ambar (FGM) Lot 100712	UDMA, HEMA, outros monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, co- iniciadores, estabilizante, carga inerte (nanopartículas de sílica) e veículo (etanol).	Seca: A, B, C, H, F, I Úmida: A, B, D, H, F, I
Prime & Bond 2.1 (Denstply) Lot 672090E	UDMA, Bis-GMA, resinas di- e trimetacrilato, PENTA, hidroxitolueno butilato, 4 etildi- metil amino benzoato, fotoiniciadores, cetilamina hidro- fluorada e acetona.	Seca: A, B, C, H, F, I Úmida: A, B, D, H, F, I
Single Bond 2 (3M ESPE) Lot N379968	Bis-GMA, HEMA, re- sinas dimetacrilatos, copolímeros do ácido polialcenólico, água e etanol.	Seca: A, B, C, H, F, I Úmida: A, B, D, H, F, I
Scotchbond Multi Purpose Plus (3M ESPE) Lot N295761/N342538	<i>Primer:</i> HEMA, copolímero do ácido polialcenólico, água <i>Bond:</i> Bis-GMA, HEMA, coanforoquinona	Seca: A, B, C, E, F, G, F, I Úmida: A, B, D, E, F, G, F, I

Etapas de aplicação: A:condicione por 15s; B:lave por 15s; C: jato de ar por 10s; D:remover o excesso de água com bola de algodão úmido; E:aplicar o primer por 20s; F: jato de ar suave por 10s; G: aplicar adesivo; H: aplicar adesivo por 20s com agitação; I: polimerização por 10s

Abreviações: UDMA, urethane dimethacrylate; Bis-GMA, bisphenol A diglycidyl methacrylate; PENTA, dipentaerythritol pentacrylate monophosphate; HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; MDP, 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

Os adesivos foram aplicados às superfícies de dentina de acordo com as recomendações do fabricante. Para o Grupo DRY, a dentina foi condicionada com ácido fosfórico a 37.% (Condac 37, FGM, Joinville, Brasil) por 15 segundos, lavados com água corrente, após a dentina foi seca por 15 segundos com ar comprimido.

Para o Grupo MOIST, a dentina foi condicionada como no Grupo DRY, mas a dentina foi mantida úmida através de uma bolinha de algodão. Para o Grupo SE, os sistemas adesivos autocondicionantes foram aplicados sobre as superfícies de dentina sem condicionamento ácido prévio. Todos os adesivos foram aplicados como descrito na Tabela 1. Como controle para os grupos condicione e lave foi selecionado o adesivo Scotchbond Multipurpose (SBMP), de 3 passos, padrão-ouro para a categoria. Já o adesivo Clearfil SE Bond, padrão-ouro em sua categoria, foi o controle para o modo autocondicionante. Todos os adesivos foram fotoativados com um aparelho fotopolimerizador LED (Gnatus Optilight Max, Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) por 20 segundos. A unidade de fotoativação foi testada periodicamente para garantir um mínimo de 600 mW/cm<sup>2</sup>. Os espécimes foram então colocados num dispositivo Ultradent com um molde de Teflon cilíndrico com 2,38 mm de diâmetro (Ultradent South Jordan, UT, EUA). O molde foi preenchido com um incremento de 2 mm de resina composta Z100 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), que foi fotopolimerizada por 40 segundos. Os espécimes preparados foram armazenados em água a 37 ° C durante 24 horas.

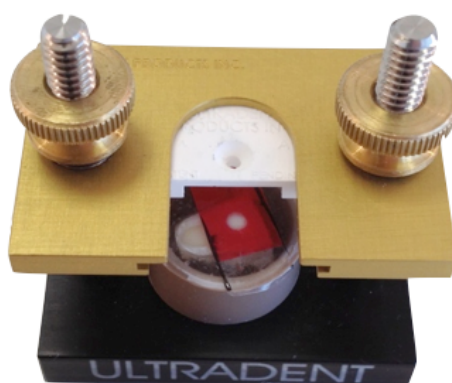


Fig.2 - Adapter Ultradent

A resistência ao cisalhamento foi testada utilizando uma máquina para testes de cisalhamento (Shear Tester, Bisco, Schaumburg, IL, EUA) na velocidade de 0,5 mm por minuto. A carga de ruptura foi registrada em Newtons e convertido para Megapascal (MPa). Todos os espécimes foram armazenados em formol tamponado a 10% até a análise dos padrões de fratura. Modos de falha foram avaliadas por meio de um microscópio estereoscópico em 40x (Stemi 2000, Zeiss, Jena,

Alemanha) e classificados como fratura mista ou coesiva em dentina.

Os dados foram analisados estatisticamente com análise de variância (ANOVA), e a comparação *post hoc* realizada com o teste de Tukey ( $p < 0,05$ ).

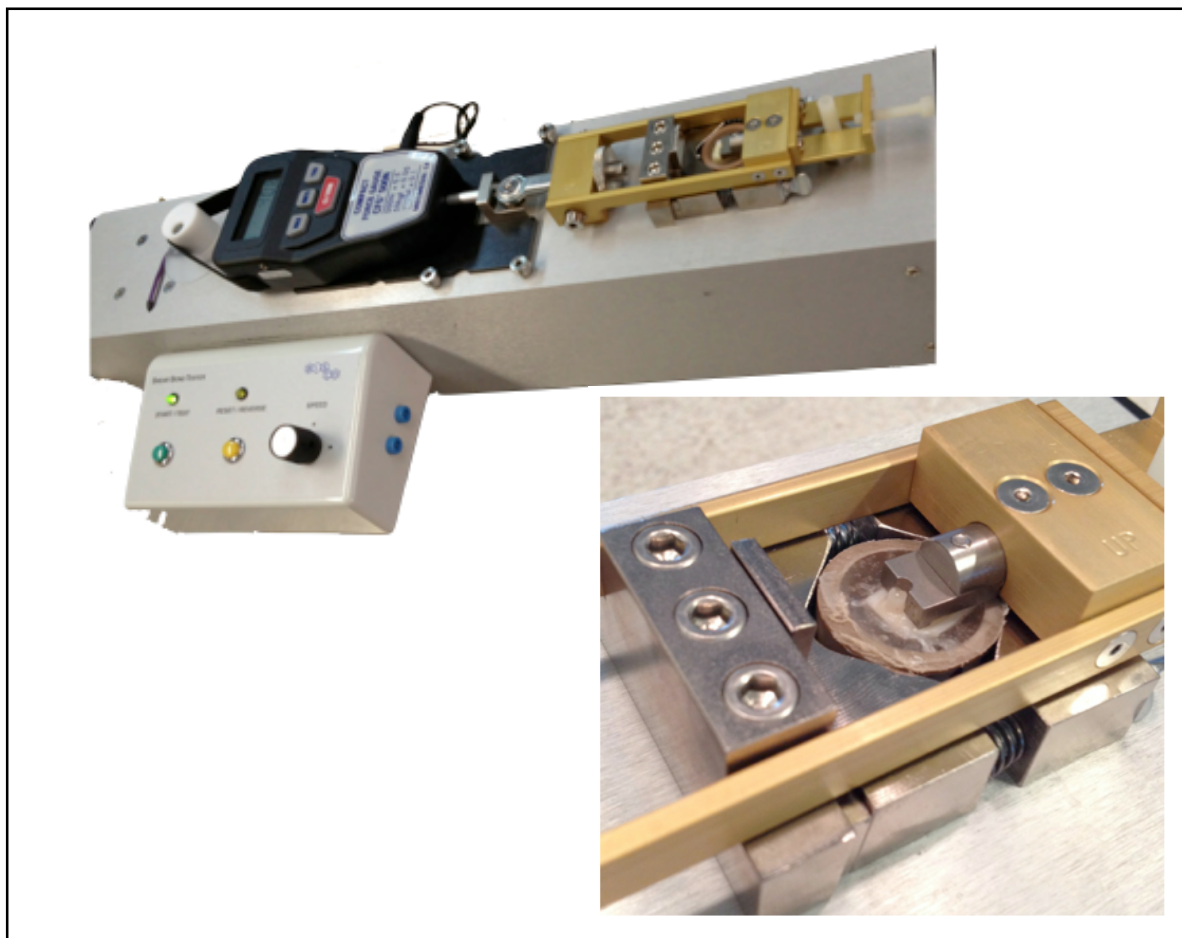


Fig.3 - Teste cisalhamento (Shear Tester, Bisco, Schaumburg, IL, EUA)

## 5 RESULTADOS

Os resultados são apresentados na tabela 2.

O novo sistema adesivo multi-modo Scotchbond Universal obteve resultados de força de união que foram semelhantes nas condições condicione e lave úmido, condicione e lave seco e autocondicionante. Estes resultados também foram semelhantes ao padrão ouro de três passos condicione e lave Scotchbond Multi Purpose em dentina úmida.

Exceto para o SBMP, quando comparado dentro de cada sistema adesivo específico, não houve diferença na RU obtida à dentina condicionada seca ou úmida.

Quando comparado os dois adesivos no modo SE, Clearfil SE Bond e SBU, não houve diferença estatística significativa.

Os modos de fraturas foram predominantemente adesivas e mistas para todos os grupos, mostrando o mínimo de falhas em coesão de dentina.



Tabela 2. Resistência ao cisalhamento e modos de falha (A&D: adesiva / mista; CD: coesiva em dentina) dos diferentes grupos experimentais

Tabela 2. Resistência ao cisalhamento e modos de falha (A&D: adesiva / mista; CD: coesiva em dentina) dos diferentes grupos experimentais			
Modo de aplicação	Sistema adesivo	Resistência ao cisalhamento MPa (SD)	Modo de falha A&M(%) / CD(%)
Condione e lave úmida <b>MOIST</b>	Scotchbond Universal	23.25 (3.84) A	8(67%) / 4(33%)
	Single Bond 2	15.19 (2.76) C D	12(100%) / 0(0%)
	Prime & Bond 2.1	12.93 (4.06) D F	12(100%) / 0(0%)
	Ambar	11.75 (2.57) E F	12(100%) / 0(0%)
	Scotchbond Multi Purpose Plus	23.45 (4.95) A	12(100%) / 0(0%)
Condicione e lave seca <b>DRY</b>	Scotchbond Universal	25.91 (2.37) A	11(92%) / 1(8%)
	Single Bond 2	18.07 (3.66) B C	12(100%) / 0(0%)
	Prime & Bond 2.1	10.66 (1.83) E D F	12(100%) / 0(0%)
	Ambar	9.45 (1.65) F	12(100%) / 0(0%)
	Scotchbond Multi Purpose Plus	17.02 (3.15) B C D	12(100%) / 0(0%)
Auto-condicionante <b>SE</b>	Clearfil SE Bond	21.77 (5.63) A B	12(100%) / 0(0%)
	Scotchbond Universal	23.89 (3.79) A	10(83%) / 2(17%)

Letras maiúsculas similares entre as linhas indicam não haver diferenças estatísticas (Método ANOVA, Tukey test, p<0.05).

## 6 DISCUSSÃO

Dentro das limitações deste estudo, de acordo com os nossos resultados, a primeira hipótese nula não foi rejeitada, uma vez que o Scotchbond Universal produziu resultados estatisticamente similares quando aplicado em dentina condicionada úmida e seca. A segunda hipótese nula também não foi rejeitada, uma vez que a força de união do Scotchbond Universal foi estatisticamente similar em relação ao sistema autocondicionante de dois passos padrão-ouro, Clearfil SE Bond.

Desde o desenvolvimento do sistema adesivo dois-passos condicione e lave, a aplicação destes sistemas tem sido em dentina úmida (53),(39). Tal procedimento tem sido sugerido, pelo fato de que a dentina quando seca após o processo de condicionamento e lavagem, apresenta colapsos da rede colágena, reduzindo os espaços interfibrilares, prejudicando assim a infiltração de monômeros durante o processo de adesão (36), com isso, os resultados dos valores de resistência de união podem ser diminuídos. Contudo, não é o que aconteceu neste estudo, os adesivos apresentaram resultados praticamente similares quando comparados entre os grupos , moist dentin e dry dentin.

Apesar da maioria dos estudos relatarem a redução na resistência de união ao aplicar sistemas adesivos em dentina seca, um estudo recente mostrou uma melhora da resistência de união em dentina seca, quando o sistema adesivo é vigorosamente aplicado na dentina condicionada (18), tal fato pode ser a explicação dos resultados obtidos neste estudo. Curiosamente, a pressão mecânica causada pela aplicação vigorosa parece permitir a re-expansão da rede de colágeno, uma vez que a pressão é removida, promovendo a difusão do monômero por toda a dentina desmineralizada (18,21). Além disso, a aplicação vigorosa tem melhorado o desempenho dos adesivos em geral, foi relatado também que nos adesivos com MDP, quando vigorosamente aplicados à dentina, a superfície é parcialmente desmineralizada até uma profundidade submicrométrica. Por sua vez, íons de cálcio são liberados após a dissolução parcial da hidroxiapatita na camada híbrida, formando nanocamadas com os sais de MDP-Ca. Logo, a força de união é aumentada e há uma melhor preservação da camada híbrida (12),(55).

Sabemos que quando há o colapso da rede de colágeno, ocorre uma fraca

ligação peptídica de hidrogênio. Para que haja a quebra dessas ligações peptídicas, de acordo com os parâmetros de solubilidade de Hansen, é necessário uma força de  $19,0 \text{ j/cm}^3$ , portanto soluções com valores maiores podem facilmente quebrar essas ligações. Isso explica por que os adesivos à base de acetona resultam em forças de adesão menores quando aplicados sobre dentina seca, em comparação com a dentina úmida, uma vez que a força de Hansen desse solvente é de  $7,0 \text{ j/cm}^3$ , enquanto que a água tem  $37,3 \text{ j/cm}^3$ (16). Porém, Loguercio et al.,(21) concluíram em seu estudo que os solventes não foram essenciais nos valores de resistência de união, pois o fato preponderante para tais resultados foi a aplicação vigorosa do adesivo sobre o substrato dentinário. Isso explica os resultados deste estudo quando o adesivo é comparado em diferentes pré-tratamento de dentina. Fato também, explica os resultados do adesivo prime&bond 2.1, que tem como solvente a acetona.

Quando o adesivo é aplicado em dentina úmida, os solventes substituem a água presente na rede de colágeno para facilitar a infiltração de adesivo dentro da dentina desmineralizada. A técnica de adesão em dentina úmida tem sido bem documentada na literatura, relatando melhores valores de adesão para tal (54). A água permite a expansão da arquitetura colágena e mantém os nano-espacos para que ocorra a infiltração monomérica (15),(32).

O novo multi-modo Scotchbond Universal, tem em sua composição água e etanol, o que permite melhor adesão em dentina seca (9). Os solventes incorporados em sua composição permitem uma boa penetração do monômero funcional no interior da rede de colágeno e confere ao sistema adesivo menos viscosidade. Portanto, a capacidade de difusão do adesivo dentro da dentina desmineralizada é aumentada (21). Foi relatado anteriormente que os adesivos que contêm acetona como solvente não se ligam bem à dentina seca, uma vez que o seu parâmetro de solubilidade de Hansen, é de  $7,0 \text{ j / cm}^3$ , o que é insuficiente para romper as ligações de hidrogênio formadas entre as fibrilas de colágeno (56). Em contraste, a água tem a capacidade de quebrar as ligações peptídicas de hidrogênio e re-expandir o colágeno colabado (57). Um resultado interessante do estudo foi que os valores de resistência de união obtidos, não foram muito diferentes entre a dentina condicionada e lave seca e úmida, como visto na Tabela 2. Estes resultados foram, provavelmente, também devido à aplicação vigorosa do adesivo sobre a dentina condicionada.

Clinicamente, é muito difícil controlar a umidade da dentina. A questão é que

a quantidade satisfatória de umidade na dentina é muito subjetiva, tornando-se um desafio clínico (37). Apesar de extensas pesquisas sobre a técnica adesiva úmida, a interação entre cada sistema adesivo e a dentina úmida varia entre as formulações específicas, composições e quantidade de solventes incluídos em cada um dos sistemas adesivos. Além disso, o operador é uma variável. Ao ler as instruções do fabricante para cada sistema adesivo, não existe um consenso de qual é o grau ideal de umidade da dentina.

O Scotchbond Universal multi-modo quando aplicado em dentina úmida, seca e no modo autocondicionante resultou em similar resistência de união. Esses resultados foram semelhantes aos relatados pelo padrão ouro condicione e lave para a dentina úmida, e semelhante ao padrão ouro Clearfil SE Bond para sistemas autocondicionantes. Uma das explicações para tal fato pode ser a composição do adesivo, que contém tanto MDP quanto o copolímero do Vitrebond. Este copolímero é altamente hidrofílico e promove uma maior estabilidade e potencial para formar as ligações fortes entre os grupos carboxílicos e os de cálcio, formando então uma camada densa de elétrons sobre a superfície da dentina (17). Consequentemente, ajuda a manter a umidade da dentina desmineralizada, permitindo uma melhor infiltração adesiva (15).

Em adição ao copolímero do Vitrebond, o novo adesivo universal multi-modo Scotchbond contém o monômero funcional 10-MDP. Este monômero está também incluído no sistema adesivo Clearfil SE Bond, que tem sido considerado a mais de 10 anos, como o padrão ouro de dois-passos dos sistemas adesivos autocondicionantes. O 10-MDP é muito hidrofóbico e estável devido às suas cadeias carboxílicas longas, portanto, os melhores solventes para este monômero são a acetona e o etanol (49). Tem sido também relatado que o MDP reage quimicamente com o cálcio da hidroxiapatita, formando nano-camadas dentro da camada híbrida (12). As vantagens da adesão química são o aumento da resistência de união a curto prazo e a longo prazo, e menor degradação da camada híbrida. Fato que corrobora para os altos valores de resistência de união obtidos neste estudo nos grupos aplicados com o SBU. Sistemas autocondicionantes suaves e ultra-suaves preservam a hidroxiapatita naturalmente vinculada ao colágeno, portanto, as fibrilas de colágeno permanecem protegidas contra a degradação hidrolítica (58). Quando se utilizam os sistemas que contêm 10-MDP no modo autocondicionante, a ligação química entre o 10-MDP e o cálcio da hidroxiapatita torna-se muito estável (12).

Este estudo demonstrou bons resultados de resistência de união do adesivo SBU, entretanto, o mesmo pertence a uma nova geração de adesivos simplificados, recém lançado no mercado, logo, ainda faltam dados clínicos para avalia-lo a longo prazo.

## 7 CONCLUSÕES

O novo sistema adesivo universal multi-modo testado obteve um desempenho muito bom tanto em dentina condicionada seca como úmida e também no modo autocondicionante.

Apesar dos resultados promissores, este estudo *in vitro* retrata valores de resistência de união de 24h e mais estudos são necessários para avaliar o desempenho de longo prazo dessa nova categoria de adesivos, especialmente estudos clínicos, que continuam como padrão-ouro na avaliação de novos materiais.

## 8 REFERÊNCIAS

- 1- Buonocore M. A simple Method of Increasing The adhesion of Acrylic Filling Materials to enamel Surfaces. J. D. Res. 1955;34(6):849-853.
- 2- Kugel G, Ferrari M. The science of bonding: from first to Sixth Generation. JADA.2000 jun; 131: 20s-25s.
- 3- Perdigão J. Dentin bonding-variables related to the clinical situation and the substrate treatment. Dent Mater. 2010 feb;26:e24-e37.
- 4- Hamouda IM, Samra NR, Badawi MF. Microtensile bond strength of etch and rinse versus self-etch adhesive systems. J Mech Behav Biomed Mater. 2011 Apr;4(3):461-6.
- 5- Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J. Technique-Sensitivity of Contemporary Adhesives. Dent Mat. 2005 Mar;24(1):1-13.
- 6- Muñoz M, Luque I, Hass V. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. J. Dent. 2013 may;41:404-411.
- 7- Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. Dent Mater 2001 jul ; 17(5):296-308.
- 8- Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. J Dent Res 1996 set ;75(9):1706-15.
- 9- Mena-Serrano A, Kose C, De Paula E. A new universal simplified adhesive: 6 month clinical evaluation. J esthet restor Dent. 2013 fev;25(1):55-69.
- 10- Perdigão J, Carmo A, Geraldeli S. Eighteen-Month Clinical Evaluation of Two dentin Adhesives Applied on Dry vs Moist Dentin. J adhes dent. 2005;7(3):253-258.

- 11- Hanabusa M, Mine A, Kuboki T. Bonding effectiveness of a new multi-mode adhesive to enamel and dentine. *J. Dent.* 2012 Feb;40:475-484.
- 12- Yoshida Y, Yoshihara N, Nagaoka S. Self-Assembled Nano-Layering at the Adhesive Interface. 2012 Apr;91(4):376-81.
- 13- Oguri M, Yoshida Y, Yoshihara K. Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive. *Acta Biomater.* 2012 May;8(5):1928-34.
- 14- Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R. Comparative study on adhesive Performance of Functional Monomers. *J Dent Res.* 2004 Jun;83(6):454-458.
- 15- Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes S. The Effect of a Re-wetting Agent on Dentin Bonding. *Dent Mater.* 1999 jul;15:282-95.
- 16- Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaft R. Effects of Moisture degree and Rubbing Action on the Immediate resin-Dentin Bond Strength. *Dent Mater.* 2006 Dec;22:1150-1156.
- 17- Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K. Impact of Adhesive Application to Wet and Dry Dentin on Long-Term Resin-Dentin Bond Strengths. *Oper Dent.* 2007 Jul;32(4):380-87.
- 18- do Amaral R, Stanislawczuk R, Zander-Grande C. Active Application Improves the Bonding Performance of Self-Etch Adhesives to Dentin. 2009 Jan;37:82-90.
- 19- Hilgert L. Adesão á dentina: Influência da oclusão tubular e da desproteínização. Florianópolis. Tese [Mestrado em Odontologia, área de concentração em Dentística] Universidade Federal de Santa Catarina; 2006.
- 20- Reis A, Loguercio A, Azevedo C. Moisture Spectrum of Demineralized Dentin for



Adhesive System With Different Solvent Bases. 2003. J Adhes Dent. 2003;5:183-92.

21- Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. J Adhes Dent. 2009 Jun;11(3):213–9.

22- Marsiglio A. Influência da temperatura de evaporação do solvente na resistência de união dos sistemas adesivos convencionais à dentina. Brasília. Tese [ Mestrado em Ciências da Saúde] Universidade federal de Brasília; 2008.

23- Giannini M, Chaves P, Oliveira M. Effect of tooth age on bond strength to dentin. J Appl Oral Sci. 2003;11(4):342-7.

24- Chu C.Y, Kuo T.C, Chang S. F. Comparison of the microstructure of crown and root dentin by a scanning electron microscopic study. J Dent Sci. 2010 Jan;5(1):14-20.

25- Komabayashi T, Nonomura G, Watanabe L.G. Dentin tubule numerical density variations below the CEJ. J. Dent. 2008 Aug;36:953-958.

26- Xu H.H.K, Smith D.T., Jahanmir S. Indentation Damage and Mechanical Properties of Human enamel and Dentin. J. Dent Res 1998 Mar;77(3):472-480.

27- Kwong S.M, Cheung G.S.P, Kei L.H. Micro-tensile bond strengths to sclerotic dentin using a self-etching and a total-etching technique. Dent Mater. 2002;18:359-369.

28- Nakabayashi N, Watanabe A, Arao T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. J. Dent. 1998 Jul;26(4):379-385.

29- Al-Ehaideb A, Mohammed H. shear bond strength of “one bottle”dentin adhesives. J Prosthet Dent. 2000;84(4):408-412.

30- Grayson W, Marshall Jr, Sally J. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J. Dent.* 1997 mar;25(6):441-458.

31- Pashley D, Carvalho R. Dentine permeability and dentine adhesion. *J. Dent.* 1997 set; 25(5):355-372.

32- Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Mater.* 2011 Jan;27(1):1–16.

33- Perdigão J, Swift E.J, Denehy G.E. In vitro bond strengths and SEM evaluation of dentin bonding systems to different dentin substrates. *J Dent Res.* 1994 Jan; 73(1):44-55.

34- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y. Buonocore memorial lecture adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28:215–35.

35- da Silva MA, Rangel PM, Barcellos DC, Pagani C. Bond strength of adhesive systems with different solvents to dry and wet dentin. *J Contemp Dent Pract.* 2013 Jan 1;14(1):9-13.

36- Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P. The Clinical Performance of Adhesives. *J. Dent.*1998;26(1):1-20.

37- Zander-Grande C, Ferreira S, Costa T. Application of Etch-and-Rinse Adhesives on Dry and Rewet dentin under rubbing action: A 24-Months Clinical Evaluation. *J Am Dent Assoc.* 2011;42(7):828-835.

38- Bouillaguet S, Gysi P, Wataha J.C.. Bond Strength of Composite to Dentin Using Conventional, One-step, and Self-Etching Adhesive Systems. *J. Dent.* 2001; 29:55-61.

3539- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008 Jan;24(1):90–101.

40- Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent.* 2002;4(2):91-103.

41- Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials* 2005 Mar;26:1035- 42.

42- J. De Munck<sup>1</sup>, K. Van Landuyt<sup>1</sup>, M. Peumans<sup>1</sup>. A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. *J Dent Res.* 2005;84(2):118-132.

43- Sarr M, Kane AW, Vreven J. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent.* 2010;35(1):94-104.

44- Koshiro K, Sidhu SK, Inoue S. New concept of resin-dentin interfacial adhesion: the nanointeraction zone. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2006 May;77(2):401-8.

45- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011; 27(1):17-28.

46- Perdigão J, Gomes G, Gondo R. In Vitro Bonding Performance of All-in-one Adhesives. Part I – Microtensile Bond Strengths. *J Adhes Dent.* 2006;8(6):367-372.

47- Peumans M, Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B.. Three-year clinical effectiveness of a two-step self-etch adhesive in cervical lesions. *Eur J Oral Sci.* 2005 Dec;113(6):512-8.

48- Cardoso MV, de Almeida Neves A, Mine A, Coutinho E, Van Landuyt K, De Munck J, Van Meerbeek B. Current aspects on bonding effectiveness and stability in adhesive dentistry. *Aust Dent J*. 2011 May;56(1):31-44.

49- Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomater*. 2007 May;28(26):3757-85.

50- Yoshida K, Yoshihara S, Hayakawa N. HEMA Inhibits Interfacial Nano-layering of The Funcional Monomer MDP. *J Dent Res*. 2012;91(11):1060-65.

51- Iwai H, Nishiyama N. Effect of calcium salt of functional monomer on bonding performance. *J Dent Res*. 2012 Nov;91(11):1043-8.

52- Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley D. Bonding to ground dentin by a Phenyl-p self-etching primer. *J Dent Res*. 1994 jun;73(6):1212-1220.

53- Hiraishi N, Yiu C, King N, Tay F. Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dent Mater*. 2009 Jan;25(1):58–66.

54- Walter R, Miguez PA, Swift EJ, Pereira PNR. Long-term bond strengths to dentin treated with different re-wetting solutions. *Am J Dent*. 2008 Jun;21(3):143–7.

55- Yoshida Y, Van meerbeek B, Nakayama Y. Adhesion to and Decalcification of Hydroxyapatite by Carboxylic Acids. *J Dent Rest*. 2001;80(6):1565-1569.

56- Andrade A, Moura S, Reis A. Evaluating Resin-Enamel Bonds by Microshear and Microtensile Bond Strength Tests: Effects of Composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2010;18(6):591-8.

57- Reis AF, Giannini M, Pereira PNR. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater.* 2007 Sep;23(9):1164–72.

58- Carrilho MRO, Carvalho RM, De Goes MF. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res.* 2007 Jan;86(1):90–4.

59- Perdigão J, Kose C, Mena-Serrano AP. A New Universal Simplified Adhesive: 18-Month Clinical Evaluation. *Oper Dent.* 2013 Jun;38(6):38-6.

**APÊNDICE A** - Artigo submetido para a publicação.

## **Shear Bond Strength of a Universal Multi-Mode Adhesive System**

### **Abstract**

**Objectives:** To evaluate bond strengths of a new multi-mode universal adhesive system to dentin, with different pre-treatment methods (etched-dry dentin, etched-moist dentin, and self-etched dentin) as compared to other commercially available systems. **Material and Methods:** 144 extracted bovine incisors were embedded for shear bond test and ground flat to expose middle dentin. The teeth were randomly divided according to the dentin pre-treatment strategies: Group DRY (etch-and-rinse + dry dentin), Group MOIST (etch-and-rinse + moist dentin), and Group SE (used in the self-etch mode). These groups were further subdivided into subgroups according to the adhesive system used (n=12). All adhesives were light-cured with an LED light-curing unit (Gnatus Optilight Max, Brazil) for 20 seconds. The specimens were placed in an Ultradent Jig with a cylindrical Teflon mold with 2.38 mm diameter (Ultradent, USA). The mold was filled with a 2-mm increment of Z100 composite resin (3M ESPE, USA), and light-cured for 40 seconds. The specimens were stored in water at 37°C for 24 hours. Shear bond strength was tested using a Shear tester (Bisco, USA) at crosshead speed of 0.5mm/min. Failure modes were evaluated using a stereomicroscope at 40x (Stemi 2000, Zeiss, Germany) and classified as adhesive/mixed, or cohesive in dentin. All data were analyzed with one-way analysis of variance (ANOVA), and pairwise comparisons were made with the post-hoc Tukey's test (p<0.05). The new multi-mode adhesive system showed statistically similar bond strengths to etch-and-moist, etch-and-dry dentin, and in self-etch mode. These results were similar to the etch-and-rinse gold standard on moist dentin, and to the two-step self-etch gold standard when used in the self-etch mode.

**Key Words:** Dentin bonding, Universal Adhesives, Shear Bond Strength, Multi-mode adhesive systems

## Introduction

The dentin adhesive technology is constantly changing and promoting great advances in restorative dentistry and cavity preparation. Since Fusayama et al<sup>1</sup> introduced the total etching technique, in which etching of enamel and dentin was done simultaneously, the total-etch technique has been widely accepted and improved due to continuous research in this field<sup>2-7</sup>.

In lieu of the classification of adhesive systems by chronological order (generation) which was not scientifically based upon, a new classification of adhesive systems was proposed by Van Meerbeek et al.,<sup>4,8,9</sup> and was based on adhesion strategy and clinical application steps. They have suggested three main categories of adhesive systems: the etch-and-rinse systems, the self-etch systems, and the glass-ionomer systems. These three main categories are subclassified into three-step etch-and-rinse, two-step etch-and-rinse, two-step self-etch and one-step self-etch systems. Most recently a new category of multi-mode universal adhesive systems has been developed. These adhesive systems can be used as etch-and-rinse two-step systems with dry or moist dentin, or as a one-step self-etch adhesive system.

The newly developed multi-mode universal adhesive contains the functional monomer 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate (10-MDP), which is capable to bond ionically with calcium hydroxiapatite (HPa), through self-assembled nanolayering.<sup>10</sup> The nanolayers of the 10-MDP molecules are joined by stable MDP-Ca salt formation, turning the adhesive interface more resistant to biodegradation.<sup>11,12</sup> An adhesive system which contains 10-MDP, Clearfil SE Bond (Kuraray), has shown clinical success.<sup>13</sup> Despite the importance of 10-MDP in the adhesive system, there are other monomers such as HEMA included in these very complex mixtures.

Since the idea of a multi-mode universal adhesive containing 10-MDP (Scotchbond Universal) is new, as well as its clinical applications, this study aimed to evaluate bond strengths of this new adhesive system to dentin, with different pre-treatment options (etched and dry dentin, etched and moist dentin, and self-etched dentin) as compared to other commercially available systems. The null hypothesis were that (1) the new multi-mode universal adhesive would not promote similar bond strengths to the different pre-treated dentin in the etch-and-rinse mode, and that (2) bond strengths in the self-etch mode would be comparable to the well documented bond strengths of Clearfil SE Bond.

## Materials and Methods

Freshly extracted bovine incisors (n=144) were used in this study. The roots were separated from the crowns with a diamond wafering blade (KG Sorensen Ind. e Come. Ltda, Barueri, SP, Brazil) mounted in a handpiece under running water. The crowns were embedded in polymethyl Methacrylate (PMMA) with the facial surface exposed. The facial surface was ground flat using a model trimmer to reveal middle dentin. Prior to bonding the surfaces were polished with 600-grit SiC paper (BuehlerMet Abrasive Papers, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) under running water. The teeth were divided into different groups according to the dentin pre-treatment strategies: Group DRY (etch-and-rinse + dry dentin), Group MOIST (etch-and-rinse + moist dentin), and Group SE (used in the self-etch mode). These groups were further subdivided into subgroups according to the adhesive system used (n=12 per subgroup). The composition manufacturer's recommendations are listed in Table 1.

The adhesives were applied to the dentin surfaces according to the manufacturer's recommendations for the moist group. For Group Dry, the dentin was etched with 37.% phosphoric acid (Condac 37, FGM, Joinville, Brazil) for 15 seconds, rinsed with running water, and dentin dried for 15 seconds with compressed air. For the Group Moist, dentin was etched as in Group Dry, but the dentin was kept moist with a cotton pellet. For the Group SE, the self-etching adhesive systems were applied on the dentin surfaces without prior acid etching. All adhesives were applied as described in Table 1, being the control the gold standard 3-step etch-and-rinse Scotchbond Multi Purpose for the etch-and-rinse groups, and the gold standard Clearfil SE Bond for the self-etch groups. All adhesives were light-cured with an LED light-curing unit (Gnatus Optilight Max, Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brazil) for 20 seconds. The light curing unit was periodically tested to ensure a minimum of 600 mW/cm<sup>2</sup>. The specimens were then placed in an Ultradent Jig with a cylindrical Teflon mold with 2.38 mm diameter (Ultradent South Jordan, UT, USA). The mold was filled with a 2-mm increment of Z100 composite resin (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), and light-cured for 40 seconds. The bonded assemblies were stored in water at 37°C for 24 hours. Shear bond strength was tested using a Shear tester (Bisco Inc. Schaumburg, IL, USA) at crosshead speed of 0.5mm/min. The break load was recorded in Newtons and converted to Megapascal (MPa). All specimens were stored in 10% buffered formaline until analysis of the fracture patterns. Failure modes



were evaluated using a stereomicroscope at 40x (Stemi 2000, Zeiss, Jena, Germany) and classified as adhesive and mixed or cohesive in dentin.

The data were analyzed with one-way analysis of variance (ANOVA), and pairwise comparisons were made with the post-hoc Tukey's test ( $p < 0.05$ )

## Results

The new multi-mode universal adhesive Scotchbond Universal yielded bond strengths which were similar in the etch-and-rinse moist, etch-and-rinse dry, and self-etch conditions ( $p < 0.05$ ). These results were also similar to the gold-standard three-step etch-and-rinse Scotchbond Multi Purpose moist dentin ( $p < 0.05$ ).

Except for SBMP, when comparing within each specific adhesive system used as etch- and-rinse dry or etch-and moist, there were no significant differences ( $p < 0.05$ ).

There were also statistical similarities

When comparing the two adhesives in the SE mode, CSE SE and SBU SE were not statistically significant different ( $p < 0.05$ ). These results were also similar to the Scotchbond Universal adhesive in the etch-and-rinse moist and dry dentin, and SBMP moist dentin.

The failure modes were predominantly adhesive and mixed failures for all groups, showing minimal cohesive in dentin failures. (Table 2).

## Discussion

Since the development of two -step etch-and-rinse adhesives, the application of these systems has been to moist dentin. <sup>14,15</sup> If dentin dries after the etching and rinsing process, the exposed collagen network collapses, reducing the interfibrillar spaces, impairing monomer infiltration during the bonding process. <sup>16-18</sup> When the collagen network collapses, these remain attached by hydrogen bonds (ref). Hansen's solubility parameter in order to break these peptide bonds is 19,0 (J/cm<sup>3</sup>), therefore solutions with higher values can easily break these bonds. This explains why acetone-based adhesives result in lower bond strengths when applied on dry dentin as compared to moist dentin, since Hansen's force of 7,0 (J/cm<sup>3</sup>), while water has a 37,3 (J/cm<sup>3</sup>) force.

When the adhesive is applied on moist dentin, the solvents replace the water present in the collagen network facilitating the adhesive infiltration within the demineralized dentin. The moist-bonding technique has been well reported in the literature, with

improved bond strengths to dentin<sup>3,19-21</sup>. Water permits the expansion of the collagen architecture and maintenance of nanospaces for monomeric infiltration.<sup>6,22</sup> Despite most studies report reduction in bond strength when applying adhesive systems on dry dentin, a recent study has shown improvement of bond strengths on dry dentin when the adhesive system is vigorously applied on etched dentin.<sup>23</sup> Interestingly, the mechanical pressure caused by the vigorous application seems to re-expand the collagen network once the pressure is removed, permitting monomer diffusion through the demineralized dentin <sup>24</sup>. In addition, it has been reported that adhesives with MDP are vigorously applied to dentin, the surface is partially demineralized up to a submicron depth. Calcium ions are released after partial dissolution of the hydroxiapatite within the hybrid layer, forming nanolayers with the MDP-Ca salts.<sup>11,12</sup>

The new multi-mode Scotchbond Universal adhesive comprises of water and ethanol, which permits better bonds to dry dentin.<sup>25</sup> The solvents included in its adhesives permit a good functional monomer penetration within the collagen network, and promotes a less viscous adhesive system. Therefore, the diffusion capability of the adhesive within the demineralized dentin is improved.<sup>26</sup> It has been previously reported that adhesives that contain acetone as a solvent do not bond as well to dry dentin, since its Hansen's solubility parameter is 7,0 (j/cm<sup>3</sup>) which is insufficient to break the hydrogen bonds formed between the collapsed collagen fibrils.<sup>27</sup> In contrast, water does have the ability to break the peptide hydrogen bonds and re-expand the collapsed collagen.<sup>28</sup> An interesting result of our study was that the bond strength values obtained were not very different between the etch-and-rinse dry and moist dentin as seen in Table 2. These results were probably due to the vigorous application of the adhesive on the etched dentin.

Clinically, it is very difficult to control dentin moisture. The question "how moist is moist enough" is very subjective, becoming a clinical challenge.<sup>24</sup> Despite extensive research on the moist-bonding technique, the interaction between each adhesive system and the moist dentin varies among specific formulations, compositions, and amount of solvents included in each adhesive system. In addition, there is the operator variable. By reading the manufacturer's instructions for each adhesive system, there is no such as a consensus of the ideal degree of moisture of the dentin.

Scotchbond Universal when applied to moist, dry and in the self-etching mode

resulted in bond strengths. These results were similar to those reported by the etch-and-rinse gold standard in to the moist dentin, and similar to the self-etching gold-standard Clearfil SE Bond. This is extremely interesting, and one of the explanations could be the adhesive composition, which contains both MDP and the Vitrebond copolymer<sup>TM</sup>. This copolymer is highly hydrophilic and promotes greater stability and potential to form stronger bonds between the carboxylic groups and calcium, to form a denser layer of electrons on the dentin surface.<sup>29</sup> Consequently, it helps maintain the moisture of the demineralized dentin, yielding better adhesive penetration.<sup>22</sup>

In addition to the Vitrebond copolymer, the new multi-mode Socthbond Universal adhesive contains the functional monomer 10-MDP. This monomer is also included in the Clearfil SE Bond Adhesive system, which has been considered the gold standard two-step self-etching system for over 10 years. 10-MDP is very hydrophobic and stable due to its long carboxylic chains, therefore the best solvents for this monomer are acetone and ethanol.<sup>30</sup> It has been also reported that the MDP chemically reacts with the calcium in the hydroxyapatite, forming nano-layers within the hybrid layer.<sup>11</sup> The advantages of the chemical bond are increased short term and long term bond strength, and less degradation of the hybrid layer. Mild and ultra-mild self-etching systems preserves the hydroxyapatite with is naturally bound to the collagen. Therefore the collagen fibrils remain protected against hydrolytic degradation.<sup>31</sup> When systems containing 10-MDP are used in the self-etch mode, the chemical bond between the 10-MDP and calcium of the hydroxyapatite becomes very stable.<sup>11</sup>

Within the limitations of this study, according to our results, the first null hypothesis was accepted, since Socthbond Universal yielded statistically similar bond strengths when applied to moist and dry dentin. This study also failed to reject the second null hypothesis, since bond strengths of Scotchbond Universal were not statistically different when compared to the gold-standard two-step self-etching system Clearfil SE bond.

## **Conclusion**

The new multi-mode Universal adhesive performs very well on both moist and dry dentin, and in the self-etching mode. Despite very promising, this study reports short term bond strengths, and further studies are necessary to test the long term

performance if this new category of adhesive systems. Clinical research remains as the gold standard for testing the performance of newly developed materials.

## References

1. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J. Dent. Res.* 1979 Apr;58(4):1364–70.
2. Perdigão J. Dentin bonding—Variables related to the clinical situation and the substrate treatment. *Dental Materials.* 2010 Feb;26(2):e24–e37.
3. Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Braem M, Yildiz E, Yücel T, et al. The interaction of adhesive systems with human dentin. *Am J Dent.* 1996 Aug;9(4):167–73.
4. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003. pp. 215–35.
5. Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent.* 1998 Jan;26(1):1–20.
6. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M, et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dental Materials.* 2011 Jan;27(1):1–16.
7. Pashley DH, Swift EJ. DENTIN BONDING. *J Esthet Restor Dent.* 2008 Jun;20(3):153–4.
8. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J.* 2005 Mar; 24(1):1–13.
9. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent.* 2003 Sep;28(5):647–60.
10. Oguri M, Yoshida Y, Yoshihara K, Miyauchi T, Nakamura Y, Shimoda S, et al. Effects of functional monomers and photo-initiators on the degree of conversion of a dental adhesive. *Acta Biomater.* 2012 May;8(5):1928–34.
11. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, et al. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive Interface. *J. Dent. Res.* 2012 Mar 22;91(4):376–81.
12. Yoshida Y, Yoshihara K, Hayakawa S, Nagaoka N, Okihara T, Matsumoto T, et al. HEMA inhibits interfacial nano-layering of the functional monomer MDP. *J. Dent.*

Res. 2012 Nov;91(11):1060–5.

13. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010 Feb;26(2):e100–21.

14. HIRAISHI N, YIU C, KING N, TAY F. Effect of pulpal pressure on the microtensile bond strength of luting resin cements to human dentin. *Dental Materials.* 2009 Jan;25(1): 58–66.

15. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dental Materials.* 2008 Jan;24(1):90–101.

16. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Duke ES, Eick JD, et al. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J. Dent. Res.* 1998 Jan;77(1):50–9.

17. Perdigão J, Lambrechts P, Van Meerbeek B, Vanherle G, Lopes AL. Field emission SEM comparison of four postfixation drying techniques for human dentin. *J. Biomed. Mater. Res.* 1995 Sep;29(9):1111–20.

18. A Critical Review of the Durability of Adhesion to Tooth Tissue: Methods and Results. 2005 Jan 14;:1–15.

19. Walter R, Miguez PA, Swift EJ, Pereira PNR. Long-term bond strengths to dentin treated with different re-wetting solutions. *Am J Dent.* 2008 Jun;21(3):143–7.

20. Reis AF, Bedran-Russo AKB, Giannini M, Pereira PNR. Interfacial ultramorphology of single-step adhesives: nanoleakage as a function of time. *J Oral Rehabil.* 2007 Mar;34(3):213–21.

21. Perdigao ADM 2009. 2009 Oct 13;:1–24.

22. Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater.* 1999 Jul;15(4):282–95.

23. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A, Loguercio AD. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent.* 2009 Jan;37(1):82–90.

24. Zander-Grande C, Ferreira SQ, da Costa TRF, Loguercio AD, Reis A. Application of etch-and-rinse adhesives on dry and rewet dentin under rubbing action: a 24-month clinical evaluation. *J Am Dent Assoc.* 2011 Jul;142(7):828–35.

25. Mena-Serrano A, Kose C, De Paula EA, Tay LY, Reis A, Loguercio AD, et al. A

New Universal Simplified Adhesive: 6-Month Clinical Evaluation. *J Esthet Restor Dent.* 2012 Nov 15;25(1):55–69.

26. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. *J Adhes Dent.* 2009 Jun;11(3):213–9.

27. Andrade AM de, Moura SK, Reis A, Loguercio AD, Garcia EJ, Grande RHM. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin. *J. Appl. Oral Sci.* 2010 Dec;18(6):591–8.

28. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaft R, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD, Reis A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin–dentin bond strength. *Dental Materials.* 2006 Dec;22(12):1150–6.

29. Reis AF, Giannini M, Pereira PNR. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater.* 2007 Sep;23(9):1164–72.

30. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007 Sep;28(26):3757–85.

31. Carrilho MRO, Carvalho RM, De Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, et al. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J. Dent. Res.* 2007 Jan;86(1):90–4.

Table 1. Adhesive materials, batch numbers and application modes employed in the study

Table 1. Adhesive materials, batch numbers and application modes employed in the study		
Material (batch number)	Composition	Application mode
Condac 37 (FGM) Lot 230712	37% silica-thickened phosphoric acid gel	
Scotchbond Universal (3M ESPE) Lot 472585	MDP, dimethacrylate resins, HEMA, methacrylate-modified polyalkenoic acid copolymer, filler, ethanol, water, initiators, silane	Dry: A, B, C, H, F, I Moist: A, B, D, H, F, I Self-etch: H, F, I
Clearfil SE Bond (Kuraray) Lot 01044A/01548A	<i>Primer:</i> water, MDP, HEMA, camphorquinone, hydrophilic dimethacrylate <i>Bond:</i> MDP, Bis-GMA, HEMA, camphorquinone, hydrophobic dimethacrylate, N,N-diethanol p-toluidine bond, colloidal silica	Self-etch: E, F, G, F I
Ambar (FGM) Lot 100712	UDMA, HEMA, other hydrophilic methacrylate monomers, acid methacrylated monomers, ethanol, silanated silica, photoinitiators,coinitiators, stabilizers	Dry: A, B, C, H, F, I Moist: A, B, D, H, F, I
Prime & Bond 2.1 (Denstply) Lot 672090E	UDMA, Bis-GMA, PENTA, butylated hydroxytoluene, 4-ethyl dimethyl aminobenzoate, cetilamine hydrofluoride, initiator, and acetone	Dry: A, B, C, H, F, I Moist: A, B, D, H, F, I
Single Bond 2 (3M ESPE) Lot N379968	Bis-GMA, HEMA, dimethacrylates, polyalkenoic acid copolymer, initiators,water, and ethanol	Dry: A, B, C, H, F, I Moist: A, B, D, H, F, I
Scotchbond Multi Purpose Plus (3M ESPE) Lot N295761/N34253 8	<i>Primer:</i> HEMA, copolymer of polyalkenoic acid, water <i>Bond:</i> Bis-GMA, HEMA, camphorquinone	Dry: A, B, C, E, F, G, F, I Moist: A, B, D, E, F, G, F, I

Application steps: A:etch for 15s; B:rinse for 15s; C: air-dry for 10s; D:blot excess water with moist cotton balls; E:apply primer for 20s; F: gentle air stream for 10s; G: apply bond; H: apply adhesive for 20s with agitation; I: light-cure for 10s

Abbreviations: UDMA, urethane dimethacrylate; Bis-GMA, bisphenol A diglycidyl methacrylate; PENTA, dipentaerythritol pentacrylate monophosphate; HEMA, 2-hydroxyethyl methacrylate; MDP, 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate

Table 2. Shear bond strength and failure modes (A&D: adhesive / mixed; CD: cohesive in dentin) of the different experimental groups

Table 2. Shear bond strength and failure modes (A&D: adhesive / mixed; CD: cohesive in dentin) of the different experimental groups			
Application mode	Adhesive system	Shear Bond Strength MPa (SD)	Failure Mode A&M(%) / CD(%)
<b>Etch-and-rinse Moist</b>	Scotchbond Universal	23.25 (3.84) A	8(67%) / 4(33%)
	Single Bond 2	15.19 (2.76) C D	12(100%) / 0(0%)
	Prime & Bond 2.1	12.93 (4.06) D F	12(100%) / 0(0%)
	Ambar	11.75 (2.57) E F	12(100%) / 0(0%)
	Scotchbond Multi Purpose Plus	23.45 (4.95) A	12(100%) / 0(0%)
<b>Etch-and-rinse Dry</b>	Scotchbond Universal	25.91 (2.37) A	11(92%) / 1(8%)
	Single Bond 2	18.07 (3.66) B C	12(100%) / 0(0%)
	Prime & Bond 2.1	10.66 (1.83) E D F	12(100%) / 0(0%)
	Ambar	9.45 (1.65) F	12(100%) / 0(0%)
	Scotchbond Multi Purpose Plus	17.02 (3.15) B C D	12(100%) / 0(0%)
<b>Self-etch</b>	Clearfil SE Bond	21.77 (5.63) A B	12(100%) / 0(0%)
	Scotchbond Universal	23.89 (3.79) A	10(83%) / 2(17%)

Similar capital letters between rows denote no statistical difference (One-way ANOVA, Tukey test, p<0.05).



