

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA  
PRÓ-REITORIA DE PESQUISA E PÓS-GRADUAÇÃO  
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA - DOUTORADO  
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO: DENTÍSTICA RESTAURADORA

**CHRISTIANA ZANDER-GRANDE**

**EFEITOS DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE APLICAÇÃO NA  
LONGEVIDADE DE SISTEMAS ADESIVOS CONVENCIONAIS E  
AUTOCONDICIONANTES:**

***“IN VITRO” E “IN VIVO”***

PONTA GROSSA

2012

**CHRISTIANA ZANDER-GRANDE**

**EFEITOS DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE APLICAÇÃO NA  
LONGEVIDADE DE SISTEMAS ADESIVOS CONVENCIONAIS E  
AUTOCONDICIONANTES:**

***“IN VITRO” E “IN VIVO”***

Tese apresentada para obtenção do título de Doutor em Odontologia na Universidade Estadual de Ponta Grossa, no Curso de Doutorado em Odontologia – Área de Concentração: Dentística Restauradora. Linha de Pesquisa: Pesquisa Clínica.

Orientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup> Alessandra Reis.

PONTA GROSSA

2012

**Catálogo na Fonte**  
**Elaborada pelo Setor Tratamento da Informação BICEN/UEPG**

Z27e      Zander-Grande, Christiana  
            Efeitos de diferentes protocolos de aplicação na longevidade de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes : “ in vitro” e “ in vivo” / Christiana Zander-Grande, 2012.  
Ponta Grossa, 2012  
128 f. : il.

Tese (Doutorado em Odontologia – área de concentração :  
Dentística Restauradora), Universidade Estadual de Ponta Grossa.  
Orientadora: Profa. Dra. Alessandra Reis.

1. Adesivos. 2. Microtração. 3. Avaliação clínica. 4. Lesões cervicais não cariosas. 5. Aplicação ativa. I. Reis, Alessandra. II. Universidade Estadual de Ponta Grossa. Doutorado em Odontologia. III. T.

CDD: 617.6

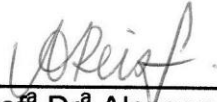
**CHRISTIANA ZANDER GRANDE**

**EFEITOS DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE APLICAÇÃO NA LONGEVIDADE  
DE SISTEMAS ADESIVOS CONVENCIONAIS E AUTOCONDICIONANTES:**

**"IN VITRO" E "IN VIVO"**

Tese apresentada para obtenção do título de Doutor em Odontologia na  
Universidade Estadual de Ponta Grossa, no curso de Doutorado em Odontologia  
Área de Concentração: Dentística Restauradora.

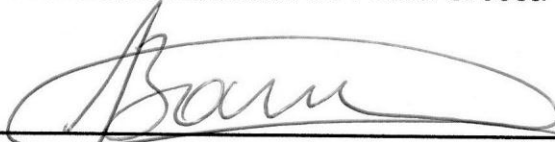
Ponta Grossa, 18 de outubro de 2012.



---

Profª Drª Alessandra Reis

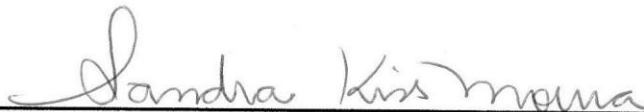
Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG



---

Prof Dr José Roberto de Oliveira Bauer

Universidade Federal do Maranhão – UFMA



---

Profª Drª Sandra Kiss Moura

Universidade do Norte do Paraná – UNOPAR



---

Prof Dr César Augusto Galvão Arrais

Universidade Estadual de Ponta Grossa – UEPG



---

Profª Drª Stella Kossatz Pereira

Universidade Estadual de Ponta Grossa - UEPG

## **DADOS CURRICULARES**

### **Christiana Zander-Grande**

NASCIMENTO	18-03-1982 Ponta Grossa – Paraná – Brasil.
FILIAÇÃO	Italo Sérgio Grande. Angela Zander Grande.
2000/2004	Curso de graduação em Odontologia. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).
2005	Curso de aperfeiçoamento em Implantodontia. Escola de Aperfeiçoamento Profissional da Associação Brasileira de Odontologia – Regional Ponta Grossa (EAP/ABO/PG).
2006/2008	Curso de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração : Dentística Restauradora. Nível Mestrado. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).
2009/2012	Curso de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Dentística Restauradora. Nível Doutorado. Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG).

## DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho aos meus pais *Ítalo Sérgio Grande* e *Angela Zander Grande*, que foram meus primeiros professores, que me ajudaram a dar meus primeiros passos, que me ensinaram as primeiras palavras e que sorriram e choraram comigo nas horas mais importantes de minha vida. Ensinaram-me os alicerces de uma vida digna: o respeito, a responsabilidade, a honestidade, a humildade e o amor. Meus melhores amigos que nunca me faltaram e que não mediram esforços para que eu tivesse a melhor educação, o melhor lar, o melhor do melhor, sempre sacrificando seus sonhos para que os meus e de minha irmã pudessem ser realizados. Vocês conseguiram formar essa família, a nossa família, com bases firmes e inabaláveis com o maior e melhor sentimento que existe o amor puro e incondicional. Espero que um dia eu possa ser um pouco do que vocês são, pois assim já serei muito mais do que sou. Amo vocês. Obrigada infinitamente.

A minha irmã *Fernanda Grande da Cruz* pelo amor e carinho em todas as horas, pelas briguinhas e discussões que fazem parte da vida de quem ama verdadeiramente, pelos dias, experiências, estudos, conselhos e alegrias compartilhados, por dividir comigo suas coisas e por sempre ser uma verdadeira amiga. Admiro você como pessoa e profissional. Escolhi ser dentista pelo seu exemplo e me orgulho do que juntas construímos profissionalmente. Hoje você vive um dos momentos mais especiais da vida de uma mulher, sua primeira gravidez, e enxergo a mãe maravilhosa que você vem construindo todos os dias, que Deus abençoe a família que vocês dois estão construindo e muito obrigada por me permitir ser parte dela, sendo a madrinha do Lucca. Prometo-lhe que sempre o amarei e cuidarei da maneira que você o faria. Amo vocês.

## AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus** que está em todas as coisas e em todos os lugares, que nos protege, ilumina e abençoa mesmo quando por alguns momentos perdemos a fé.

A minha orientadora **Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Alessandra Reis**, quando comecei a escrever estes agradecimentos, não sabia por onde começar, um longo filme me passou na cabeça, com muitas lembranças que começam desde o dia em que nos conhecemos até hoje. Tanta coisa aconteceu, tanta vida passou, e percebi que você faz parte de muito do que sou hoje. Afinal Ale, fui sua primeira orientada de mestrado e sou sua primeira orientada de doutorado; creio que essa experiência seja única, pois é baseada em probabilidades de erro e acerto, tudo foi novo, para mim e para você, fomos juntas descobrindo o que é essa relação orientador e orientado, e eu sou imensamente grata por este privilégio! Essa relação é de extrema importância para um orientado, pois um “orientador” no sentido literal da palavra é o especialista que acompanha o aluno em sua vida escolar, que o aconselha nos rumos que deve seguir nos estudos imediatos, segundo suas aptidões, motivações, personalidade e predileções. O orientador é um formador! Hoje, quando escrevo algo é inevitável que seja parecido com a forma que você escreve, quando leio um artigo, faço isso da maneira como você me ensinou, quando participo de um curso ou quando dou uma aula é imediata a minha lembrança de como você faria isso. Por isso ser um orientador é uma enorme responsabilidade! E ser um orientado é saber reconhecer que o seu Mestre sempre sabe mais do que você, porque ele estudou mais, ele cometeu erros e está ao nosso lado para oferecer atalhos e caminhos mais fáceis e certos. Sem dúvida alguma Ale você é uma excelente orientadora, e me orgulho de poder dizer aos outros que fui “formada” por você! Reitero meus agradecimentos de quando defendi minha dissertação, você foi e é uma grande amiga, acolhendo-me em sua casa, dando – me broncas quando perdi o rumo, empolgando-se com minhas conquistas, dedicando seu tempo e conhecimento para que eu pudesse melhorar e crescer, sendo sempre uma pessoa especial, alegre, competente, inteligente, exigente e única. Desejo que nossos caminhos continuem se cruzando e que eu possa sempre aprender contigo. Você será sempre uma referência de sucesso e competência profissional e pessoal.



Ao querido amigo **Prof. Dr. Alessandro Dourado Loguercio** por ser meu segundo orientador, que me ensinou que um grande pesquisador, como você, precisa ser dedicado, estudioso, inovador, mas principalmente ser apaixonado pelo que faz. Obrigada pelo apoio para que este trabalho e tantos outros pudessem ser realizados e por aqueles que com seus valiosos ensinamento ainda realizarei.

A estas duas pessoas diferenciadas, com mentes privilegiadas e principalmente grandes corações meus agradecimentos sinceros e minha eterna amizade. Que a linda família, que vocês quatro formam hoje, seja sempre abençoada e feliz.

## AGRADECIMENTOS

A Universidade Estadual de Ponta Grossa, na pessoa de seu reitor **João Carlos Gomes** pela oportunidade outorgada.

Ao **CNPQ** pelo financiamento de uma bolsa de estudos e pesquisa.

Aos meus queridos mestres **Prof. <sup>a</sup> Dr <sup>a</sup> Osnara Maria Mongruel Gomes** e **Prof. Dr. João Carlos Gomes** por sempre acreditarem e lutarem pelo crescimento do nosso curso de Odontologia, da Pós-Graduação em Odontologia e de nossa Universidade. Agradeço por terem sido meus primeiros orientadores, que participaram de forma imprescindível em minha formação acadêmica e confiaram nesta aluna mesmo quando eu nada sabia sobre odontologia. Obrigada pelo carinho e atenção.

A todos os professores do programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, que contribuíram para meu crescimento pessoal e profissional.

A **Morgana das Graças Procz dos Santos** pelas inúmeras vezes em que me ajudou, pela amizade, competência e dedicação aos cursos de mestrado e doutorado da UEPG.

Aos meus companheiros de doutorado, **Alessandro Hyczy Lisboa, Ana Cláudia Rodrigues Chibinski, Cristian Higashi, Douglas Augusto Roderjan, Gislaine Cristine Martins, Lissandra Matos Brol, Márcio Cristiano de Souza Rastelli, Michele Bail, Rodrigo Stanislawczuk Grande, Vânia Aparecida de Oliveira Queiroz** pela convivência, por terem tornados esses anos mais alegres e especiais, por terem doado um pouco de si, deixando ensinamentos importantes. Permanece a saudade e o desejo de que tenham sucesso e felicidades nas vidas

pessoal e profissional! Que a vida se encarregue de cruzar os nossos caminhos e que possamos mais tarde lembrar saudosos dos tempos de doutorado.

A minha amiga **Yasmine Mendes Pupo**, pessoa que escolhi para ser uma irmã, não existem palavras para te agradecer. Como dizem, amigos se reconhecem, e nós sem dúvida nos reconhecemos. Mesmo que o dia-a-dia e a distância não nos permitam uma maior convivência, sabemos que estamos sempre prontas para o que precisar. Saiba que te desejo só o melhor, porque você merece.

A minha amiga e companheira de pesquisa **Gislaine Cristine Martins**, agradeço pelos momentos que passamos juntas, pelo companheirismo, pelos dias e noites no laboratório, pelos dedos colados com super bonder, pelos feriados, sábados e domingos na UEPG, mas principalmente pela amizade sincera.

As queridas **Sabrina Queji** e **Thays Costa** pela grande ajuda nas pesquisas clínicas desenvolvida durante o mestrado e doutorado. Pessoas dedicadas e especiais como vocês merecem êxito na vida acadêmica e pessoal.

À bibliotecária **Maria Luzia F. Bertholino dos Santos** pela revisão metodológica desta tese.

**A todos que direta ou indiretamente colaboraram para que essa tese pudesse ser realizada.**

***“Conheça todas as teorias,  
domine todas as técnicas, mas  
ao tocar uma alma humana, seja  
apenas outra alma humana.”***

**Carl Jung**

**Zander-Grande C. Efeitos dos diferentes protocolos de aplicação na longevidade de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes: “in vitro” e “in vivo”. [Tese – Doutorado em Dentística Restauradora]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2012.**

## **RESUMO**

O propósito deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes protocolos de adesão na longevidade de diferentes sistemas adesivos, convencionais e autocondicionantes em um estudo laboratorial e dois estudos clínicos. Sendo os objetivos específicos, para cada um dos três estudos respectivamente: avaliar a resistência de união, ao longo do tempo, de sistemas adesivos autocondicionantes de um passo e dois passos, aplicados de acordo com as recomendações do fabricante. Avaliar clinicamente a retenção de restaurações de classe V realizadas com sistemas adesivos convencionais de dois passos aplicados de maneira vigorosa em dentina seca ou úmida. Avaliar clinicamente a retenção de restaurações de classe V realizadas com sistemas adesivos autocondicionantes aplicados de forma ativa ou passiva. Metodologia 1: foram utilizados 24 terceiros molares, cuja a dentina foi exposta e sobre ela foram construídas de maneira incremental coroas em resina composta utilizando os seguintes adesivos: Xeno IV (XE, Dentsply), G-Bond (GB, GC Inc), Clearfil S3 Bond (CS3, Kuraray); Adper Prompt L- Pop (AD, 3M ESPE); Go (GO, SDI), All SE Bond (ABSE um passo, ABSE dois passos, Bisco) e Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray). Os “palitos” obtidos (0,8mm<sup>2</sup>) originados a partir dos mesmos dentes foram divididos aleatoriamente para serem testados, após 24 h ou 6 m de armazenamento em água. Os dados foram submetidos a análise de variância ANOVA dois critérios e teste de Tukey com e sem a inclusão de falhas prematuras (PF) ( $\alpha=0,05$ ). Metodologia 2: 40 pacientes com 4 lesões cervicais não cariosas (LCNC) semelhantes foram incluídos neste estudo. Foram colocadas 160 restaurações, de acordo com os seguintes grupos: One-Step/acetona (Bisco) Seco ou Reumedecido (OSS ou OSR) e Adper Single Bond/etanol Seco ou Reumedecido (SBS ou SBR) (3M ESPE). As restaurações foram avaliadas pelos critérios USPHS modificados nos tempos imediatos, após, 6, 12 e 24 meses. Em cada estudo clínico, as diferenças nos índices dos diferentes grupos no mesmo período de avaliação e as diferenças para um mesmo grupo nos diferentes períodos de avaliação (imediato, 6, 12 e 24 meses) foram submetidas ao teste de medidas repetidas de Friedman ( $\alpha = 0,05$ ) e, para as diferenças encontradas, os grupos foram comparados pelo teste de Wilcoxon ( $\alpha = 0,05$ ). Metodologia 3: 31 pacientes com 4 LCNC semelhantes foram incluídos neste estudo. Foram colocadas 124 restaurações de acordo com as seguintes condições: (1) APA (Adper Prompt L Pop, aplicação ativa), (2) APP (Adper Prompt L-Pop - aplicação passiva), (3) XEA (Xeno III - aplicação ativa) e (4) XEP (Xeno III - aplicação passiva). As restaurações foram avaliadas pelos critérios da FDI imediatamente e após 6, 12 e 24 meses. Os efeitos do adesivo e o modo de aplicação foram avaliados através de um modelo linear generalizado misto associado a uma função de ligação. Resultados 1: a inclusão de falhas prematuras resultou em diferença estatisticamente significativas para CS3, CSE e AD ( $P < 0,05$ ). Resultados 2: as taxas de retenção após 24 meses de avaliação para os seguintes grupos foram: SBR 95%, SBS 97,5%, OSS 91,9% e OSR 97,5%. Nenhuma diferença significativa foi detectada entre os grupos ( $P > 0,05$ ). Em termos de descoloração marginal, o desempenho do OS foi significativamente pior do que SB, independentemente da umidade da dentina ( $P > 0,05$ ). Resultados 3: O adesivo AP e a aplicação passiva demonstraram uma significativa descoloração quando comparados com o adesivo XE e a aplicação ativa, respectivamente ( $p < 0,05$ ). No que diz respeito às taxas de retenção, o modo de aplicação ativa produziu maiores taxas de retenção na avaliação de 24 meses em comparação com a aplicação passiva, independentemente do adesivo. As taxas de retenção individuais (%), intervalo de confiança de 95%) de ambos os adesivos no modo de aplicação ativa foram os 96,8% mesmo (83,8-99,4), enquanto na aplicação passiva foram 87,1% (71,2-94,9) e 80,7% (63,7- 90,8), respectivamente, para XE e AP. Conclusão: novos protocolos de aplicação podem melhorar os resultados clínicos em longo prazo dos diferentes sistemas adesivos, quando comparados aos protocolos recomendados pelos fabricantes; que a aplicação ativa melhorou as taxas de retenção dos sistemas adesivos testados, ao longo do tempo, para ambos os estudos clínicos.

**Palavras-chave:** adesivos; microtração; avaliação clínica; lesões cervicais não cariosas; aplicação ativa.

**Zander-Grande C. Effects of different application protocols on the longevity of etch-and-rinse and self-etch adhesives systems: "in vitro" and "in vivo". [Tese – Doutorado em Dentística Restauradora]. Ponta Grossa: Universidade Estadual de Ponta Grossa; 2012.**

## **ABSTRACT**

The purpose of this study was to evaluate the effect of different protocols of application of conventional and self-etch adhesive systems over the years, in a laboratory study and two clinical studies. Objective 1: to evaluate the microtensile bond strengths (microTBS) of 1-step vs. 2-step self-etch systems to dentin after 24 hours and after 6 months of water storage. Objective 2: to evaluate the 24-month clinical performance of resin-based composites in noncarious cervical lesions (NCCLs) in teeth restored with two etch-and-rinse adhesives that had been applied with a vigorous rubbing action to both dry and rewet dentin. Objectives 3: to evaluate the clinical performance of two one-step self-etch adhesives in non carious cervical lesions (NCCL) under active or passive application mode. Methods 1: resin composite buildups were bonded to occlusal dentin of third molars using the following adhesives: Xeno IV (XE, Dentsply), G-Bond (GB, GC Inc), Clearfil S3 Bond (CS3, Kuraray); Adper Prompt L-Pop (AD, 3M ESPE); Go (GO, SDI), All Bond SE (ABSE 1-step or ABSE 2-step, Bisco) and Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray). The bonded sticks (cross-sectioned area of 0.8-0.9 mm<sup>2</sup>) originated from the same teeth were randomly divided to be tested after 24 hours or after 6 months of water storage. The data was submitted to two-way repeated measures ANOVA and Tukey's test with and without the inclusion of premature failures (PF) ( $\alpha = 0.05$ ). Methods 2: were enrolled 40 patients in this study. They inserted 160 restorations and evaluated them at baseline and at six, 12 and 24 months of service. They divided the restorations into four groups: One-Step (OS) Universal Dental Adhesive System (Bisco, Schaumburg, Ill.) (acetone-based adhesive) with rewet dentin; OS with dry dentin; Adper Single Bond (SB) Plus Adhesive (3M ESPE, St. Paul, Minn.) (ethanol/water-based adhesive) with rewet dentin; and SB with dry dentin. The authors used the same resin-based composite for all restorations. They evaluated the restorations according to modified U.S. Public Health Service criteria. Methods 3: 31 patients with 4 NCCL were enrolled in this study. One hundred and twenty four restorations were placed according to one of the following conditions: (1) APA (Adper Prompt L Pop, active application), (2) APP (Adper Prompt L-Pop - passive application); (3) XEA (Xeno III - active application) and (4) XEP (Xeno III - passive application). The restorations were evaluated by the FDI criteria at baseline, after 6, 12 and 24 months of clinical service. The effects of adhesive, mode of application and recall period were assessed via mixed generalized linear model ( $\alpha=0.05$ ). Results 1: the inclusion of PF resulted in different statistically significant means for CS3, CSE and AD ( $P<0.05$ ). Results 2: the 24-month retention rates for the rewet and dry conditions, respectively, were 95.0 percent and 97.5 percent for SB and 97.5 percent and 91.9 percent for OS. The authors detected no significant difference between rewet and dry groups for either adhesive ( $P > .05$ ). In terms of marginal discoloration, OS performed significantly worse than did SB, irrespective of dentin moisture ( $P > .05$ ). Results 3: the adhesive AP and the passive application mode showed significant higher marginal staining than XE and active application, respectively ( $p < 0.05$ ). In regard to the retention rates, the active application mode yielded higher retention rates at the 24-month recall compared to the passive application, regardless of the material. The individual retention rates (% , 95% confidence interval) of both adhesive in the active application mode were the same 96.8% (83.8– 99.4), while in the passive application were 87.1% (71.2–94.9) and 80.7% (63.7–90.8), respectively, for XE and AP. Conclusions 1: only the ABSE2 showed stable bonds after 6 months of water storage ( $P>0.05$ ). Conclusions 2: dentin moisture seems not to be important for the retention of etch-and-rinse adhesives as long as the adhesives have been rubbed vigorously onto the dentin surface. The ethanol/water-based adhesive showed a better overall performance than did the acetone-based system. Conclusions 3: the active application improved the retention rates of both adhesives after 24 months and minimized the marginal staining at enamel margins.

**Keywords:** adhesives; microtensile; clinical evaluation; non-carious cervical lesions, active application.

## LISTA DE ILUSTRAÇÕES

### Pesquisa 1

- Figura 1.** Preparo da superfície de dentina para adesão. Em (a) dente hígido; (b) superfície dentária plana em dentina; (c) superfície plana de dentina sem bordas periféricas de esmalte..... 26
- Figura 2.** Delineamento do estudo..... 27
- Figura 3.** Aplicação do sistema adesivo. Em (a) condicionamento ácido da superfície dentinária; (b) aplicação do sistema adesivo; (c) fotopolimerização, (d) e (e) vista oclusal e lateral das coroas em resina composta..... 30
- Figura 4.** Seqüência dos cortes para obtenção dos corpos-de-prova. Em (a) dente fixado com cera pegajosa ao dispositivo da máquina de corte; (b) máquina de corte Isomet (c) primeira seqüência de cortes no eixo x; (d) segunda seqüência de cortes no eixo y; em (e) cp pronto (palito)..... 31
- Figura 5.** Seqüência para o teste de microtração. Em (a) paquímetro digital para a medição da área dos cp; (b) máquina utilizada para o teste de microtração (EMIC); (c) garra para o teste de microtração..... 32
- Quadro 1.** Composição dos sistemas adesivos, forma de aplicação e lote..... 29

### Pesquisa 2

- Figura 1.** Registro fotográfico das lesões cervicais..... 35
- Figura 2.** Dimensões da cavidade em milímetros. (A) mostra a lesão cervical não cariosa; (B) medindo a altura; (C) a largura; (D) a profundidade com o auxílio de uma sonda milimétrica..... 36
- Figura 3.** Sequência dos procedimentos clínicos realizados..... 39
- Quadro 1.** Escala de dentina esclerosada..... 36
- Quadro 2.** Categoria dos critérios USPHS para avaliação..... 41

### **Pesquisa 3**

<b>Figura 1.</b>	(a) resina composta Esthet X, (b) sistema adesivo Xeno III, (c) sistema adesivo Adper Prompt L-Pop.....	42
<b>Figura 2.</b>	Registro fotográfico das lesões cervicais.....	45
<b>Figura 3.</b>	Dimensões da cavidade em milímetros. (A) mostra a lesão cervical não cariosa; (B) medindo a altura; (C) a largura; (D) a profundidade com o auxílio de uma sonda milimétrica.....	46
<b>Figura 4.</b>	Seqüência dos procedimentos clínicos realizados.....	49
<b>Quadro 1.</b>	Escala de dentina esclerosada.....	45
<b>Quadro 2.</b>	Crítérios de avaliação FDI.....	52



## LISTA DE TABELAS

### **Pesquisa 2**

<b>Tabela 1.</b>	Sistemas adesivos, composição e modo de aplicação.....	38
------------------	--	----

### **Pesquisa 3**

<b>Tabela 1.</b>	Composição e número do lote dos materiais empregados neste estudo.....	43
------------------	--	----

<b>Tabela 2.</b>	Modo de aplicação dos sistemas adesivos.....	48
------------------	--	----

## LISTA DE SIGLAS E ABREVIATURAS

1P	Um passo
2P	Dois Passos
24H	Vinte e quatro horas
6M	Seis meses
APA	Adper Prompt ativo
APP	Adper Prompt passivo
A	Alpha
ADA	American Dental Association
B	Bravo
Bis-GMA	Bisfenol-Glicidil-Metacrilato
C	Charlie
COEP	Comissão de Ética em Pesquisa
CP	Corpo-de-prova
CPS	Corpos-de-prova
HEMA	2-Hidroxi-Etil-Metacrilato
USPHS	United States Public Health Service
XEA	Xeno III Ativo
XEP	Xeno III Passivo

## LISTA DE SÍMBOLOS E UNIDADES

%	Porcentagem
A	alpha (significância)
Mm	micrômetros
cm <sup>2</sup>	centímetros quadrados
Mm	Milímetros
mm <sup>2</sup>	milímetros quadrados
mm/min	milímetros por minutos
mW/cm <sup>2</sup>	miliwatts por centímetro quadrado
S	Segundos
°	Graus
N	número amostral
>	Maior
<	Menor
=	Igual
±	mais ou menos
≠	Diferente
®	Marca registrada

## SUMÁRIO

<b>1.INTRODUÇÃO GERAL.....</b>	<b>19</b>
<b>2.PROPOSIÇÃO GERAL.....</b>	<b>25</b>
<b>3. MATERIAL E MÉTODOS.....</b>	<b>26</b>
3.1 PESQUISA LABORATORIAL.....	26
3.1 PESQUISA CLÍNICA 1.....	33
3.1 PESQUISA CLÍNICA 2.....	42
<b>4. ARTIGOS.....</b>	<b>53</b>
4.1 ARTIGO 1.....	53
4.2 ARTIGO 2.....	68
4.2 ARTIGO 3.....	85
<b>5. DISCUSSÃO GERAL .....</b>	<b>106</b>
<b>6. CONCLUSÃO.....</b>	<b>114</b>
<b>REFERÊNCIAS.....</b>	<b>115</b>
<b>ANEXOS.....</b>	<b>12</b>
<b>ANEXO A.....</b>	<b>130</b>
<b>ANEXO B.....</b>	<b>131</b>
<b>ANEXO C.....</b>	<b>132</b>
<b>APÊNDICES.....</b>	<b>132</b>
<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>133</b>
<b>APÊNDICE B.....</b>	<b>134</b>

## 1. INTRODUÇÃO GERAL

A tecnologia associada aos sistemas adesivos evoluiu rapidamente em um curto período de tempo. Desta maneira, reconstruções dentárias minimamente invasivas tornaram-se possíveis (Manhart et al.<sup>1</sup> 2004; Peumans et al.<sup>2</sup> 2005). Porém, apesar de toda essa evolução, a retenção das restaurações em resina composta ainda é baixa em longos períodos de avaliação, sendo a interface adesiva entre o dente e a restauração, o elo considerado mais frágil e suscetível a sofrer degradação (De Munck et al.<sup>3</sup> 2005; Breschi et al.<sup>4</sup> 2008).

Os sistemas adesivos atuais podem interagir com o esmalte e a dentina usando três estratégias diferentes (Van Meerbeek et al.<sup>5</sup> 2003a; Van Meerbeek et al.<sup>6</sup> 2003b). A primeira estratégia consiste na remoção total da *smear layer*, utilizando-se o ácido fosfórico em concentrações que variam de 30% a 40%. Essa estratégia é conhecida como convencional (*etch-and-rinse*). Após o condicionamento ácido, a rugosidade superficial do esmalte é aumentada e os túbulos dentinários e fibras colágenas da dentina passam a ficar expostos. A penetração dos monômeros resinosos nestes substratos modificados propicia uma retenção micromecânica do material restaurador ao dente (Gwinnett, Matsui<sup>7</sup> 1967; Perdigão et al.<sup>8</sup> 2000; Van Meerbeek et al.<sup>6</sup> 2003b).

Os adesivos convencionais podem ser aplicados em três ou dois passos clínicos; estes últimos também são conhecidos como sistemas adesivos convencionais simplificados. Nos sistemas de três passos, uma solução hidrófila (*primer*) é aplicada antes de uma solução com características mais hidrófobas (*bond*). Nos adesivos simplificados, apenas uma única solução, contendo o teor do *primer* e *bond*, é aplicada em um único passo clínico (Perdigão et al.<sup>8</sup> 2000; Van Meerbeek et al.<sup>6</sup> 2003).

A segunda estratégia de adesão consiste na modificação da *smear layer*, onde os monômeros acídicos condicionam e penetram os substratos dentários simultaneamente; são, portanto, conhecidos como sistemas adesivos autocondicionantes (*self-etch*). Além de simplificar a técnica, essa estratégia promove a formação de uma interface adesiva mais uniforme e também elimina

os procedimentos de lavagem e secagem da dentina, evitando consequentemente a possibilidade de fenômenos como o *overwetting* (excesso de umidade) e o *overdrying* (excesso de secagem) que comprometem a adesão e sua longevidade (Tay et al.<sup>9</sup> 1996a; Tay et al.<sup>10</sup> 1996b; Perdigão et al.<sup>8</sup> 2000; Inoue et al.<sup>11</sup> 2005).

É importante ressaltar que os sistemas adesivos autocondicionantes são classificados de acordo com seu pH e, portanto, pela intensidade de desmineralização em: muito ácidos (pH < 1), ácido (pH  $\cong$  1,5), suave (pH  $\cong$  2,5) e super suave (pH  $\geq$  1,5) (Inoue et al.<sup>11</sup> 2005). Os adesivos autocondicionantes considerados muito ácidos promovem uma desmineralização semelhante aos sistemas adesivos convencionais, enquanto os considerados suaves fazem uma dissolução parcial dos substratos dentinários, e incorporam uma quantidade considerável de hidroxiapatita remanescente à camada híbrida (De Munck et al.<sup>12</sup> 2003).

De acordo com o número de passos clínicos, os sistemas autocondicionantes são classificados como de um ou dois passos clínicos. Os adesivos de dois passos envolvem a aplicação de um adesivo com características hidrófilas seguido da aplicação de uma solução hidrófoba. Os adesivos de passo único também são considerados simplificados, e proporcionam uma aplicação mais rápida (Van Meerbeek et al.<sup>5</sup> 2003a; Van Meerbeek et al.<sup>6</sup> 2003b, Van Landuyt et al.<sup>13</sup> 2007). Porém, são os que atualmente apresentam reduzidos valores de resistência de união, tanto no tempo imediato quanto ao longo do tempo (De Munck et al.<sup>3</sup> 2005; Perdigão et al.<sup>14</sup> 2006; Reis et al.<sup>15</sup> 2007) e menores taxas de retenção em estudos clínicos (Peumans et al.<sup>2</sup> 2005; Heintze et al.<sup>16</sup> 2009). Essa menor eficiência tem sido associada a propriedades mecânicas inferiores, a uma maior sorção de água (Malacarne et al.<sup>17</sup> 2006) devido suas características hidrófilas, principalmente em formulações de componente único (Tay, Pashley<sup>18</sup> 2003; Tay et al.<sup>19</sup> 2004; Yiu et al.<sup>20</sup> 2006; Van Landuyt et al.<sup>21</sup> 2008a; Van Landuyt et al.<sup>22</sup> 2008b).

Desta forma, apesar dos adesivos simplificados tornarem o processo clínico mais ágil, reduzindo o número de passos clínicos durante o procedimento adesivo, possuem características predominantemente hidrófilas e

apresentam maior susceptibilidade à sorção de água e futura degradação (Frankenberger et al.<sup>23</sup> 2004; De Munck et al.<sup>3</sup> 2005). Além disto, a inclusão de monômeros hidrófilos na composição dos sistemas adesivos simplificados, que primeiramente têm o intuito de melhorar a penetração dos monômeros na dentina desmineralizada, os tornou membranas semipermeáveis (Tay et al.<sup>24</sup>, 2002; Tay et al.<sup>19</sup> 2004).

A terceira estratégia de adesão aos substratos dentais é através dos sistemas auto-adesivos, representados pelos cimentos de ionômero de vidro e os cimentos de ionômero de vidro modificados por resina. São os únicos materiais considerados auto-aderentes aos tecidos dentais; sua união química ao dente acontece pela interação iônica entre os grupos policarboxílicos do ácido polialquenóico com a hidroxiapatita unida às fibrilas colágenas (Yoshida et al.<sup>25</sup> 2000; Hikita et al.<sup>26</sup> 2007; Radovic et al.<sup>27</sup> 2008; Monticelli et al.<sup>28</sup> 2008).

A despeito de haver um grande número de sistemas adesivos disponíveis no mercado, nem todos apresentam desempenho clínico eficaz (Peumans et al.<sup>2</sup> 2005; Heintze et al.<sup>16</sup> 2009). Dentre todos os sistemas adesivos, os convencionais e autocondicionantes simplificados apresentam menores taxas de retenção em lesões cervicais de classe V (Loguercio et al.<sup>29</sup> 2010; Reis et al.<sup>30</sup> 2010). Visando evitar falhas adesivas precoces e aumentar a longevidade das restaurações em resina composta, vários estudos investigaram novos protocolos de aplicação destes materiais. O aumento do tempo de aplicação do adesivo pelo dobro ou triplo do tempo recomendado já foi avaliado por alguns autores (El-Din, Abd El-Mohsen et al.<sup>31</sup> 2002, Miyazaki et al.<sup>32</sup> 2002, Cardoso et al.<sup>33</sup> 2005). Além de facilitar a penetração dos adesivos na dentina desmineralizada, o aumento do tempo de aplicação também favorece a evaporação dos solventes presentes nos adesivos testados (El-Din, Abd El-Mohsen et al.<sup>31</sup> 2002, Miyazaki et al.<sup>32</sup> 2002, Cardoso et al.<sup>33</sup> 2005).

Outra alternativa é o aumento do número de camadas do adesivo (Frankenberger et al.<sup>34</sup> 2001, Pashley et al.<sup>35</sup> 2002, Hashimoto et al.<sup>36</sup> 2004, Ito et al.<sup>37</sup> 2005, Nakaoki et al.<sup>38</sup> 2005) que garantiu melhorias no desempenho dos materiais simplificados.

Pasquantonio et al.<sup>39</sup> (2007) notaram que a aplicação de uma corrente elétrica direta aplicada entre a dentina (catodo) e o adesivo (anodo), por um dispositivo eletrônico denominado ElectroBond (Seti, Roma, Itália), resultou em melhores valores de resistência de união quando comparados aos dentes que receberam a aplicação convencional dos sistemas adesivos.

Outra maneira de aplicar o sistema adesivo é da forma ativa, também chamada de vigorosa (Miyazaki et al.<sup>40</sup> 1996, Jacobsen, Soderholm<sup>41</sup> 1998). Esta técnica consiste em aplicar o agente de união sob pressão na superfície da dentina desmineralizada. Dal-Bianco et al.<sup>42</sup> (2006) encontraram altos valores de resistência de união tanto em dentina seca como em dentina úmida quando dois adesivos convencionais simplificados foram vigorosamente aplicados no substrato dentinário, demonstrando que a adesão, pode sim ser feita em dentina desmineralizada e seca, desde que o material adesivo seja aplicado de forma ativa. A explicação para tal fato é que os monômeros resinosos conseguem penetrar pela pressão intensa, provocada pela ação vigorosa, abrindo espaço entre as fibrilas colágenas até então colapsadas pelo ar. Além disto, esta alternativa pode favorecer a evaporação dos solventes presentes nos adesivos simplificados, além de permitir uma maior infiltração nos substratos dentários.

Com o crescente número de produtos, técnicas e protocolos adesivos, como os anteriormente mencionados, a decisão clínica pela escolha do material ficou cada vez mais complicada, e para isso, estudos laboratoriais e clínicos vêm sendo extensivamente desenvolvidos para elucidar tais dúvidas. Os sistemas adesivos são estudados no laboratório por meio de inúmeros testes com diferentes métodos, dentre eles alguns são: os testes de resistência de união (macrocisalhamento, microcisalhamento, microtração, macrotração, fadiga), os testes de infiltração marginal com produtos traçadores (microinfiltração marginal, nanoinfiltração marginal) e os testes de adaptação marginal (microfenda) (Heintze et al.<sup>43</sup> 2007; Burke et al.<sup>44</sup> 2008).

Não existe um consenso, em qual teste apresenta os parâmetros mais adequados para avaliar a resistência de união dos sistemas adesivos aos substratos dentários. A ISO 11405<sup>45</sup> (primeira edição de 1994 e segunda



edição de 2003) que consiste nas especificações técnicas de como testar a adesão às estruturas dentárias, descreve a metodologia para os testes de cisalhamento e tração (ISO 11405.<sup>45</sup> 2003).

Porém, o teste laboratorial mais comumente utilizado nos dias atuais é o teste de microtração (Heintze et al.<sup>43</sup> 2007) que foi desenvolvido por Sano et al. em 1994. A particularidade deste teste encontra-se em avaliar uma área menor quando comparada aos testes de macrotração, a qual deve ser de aproximadamente 1 mm<sup>2</sup> ou menos. Esse teste possui a vantagem de permitir melhor controle das diferenças regionais entre dentina central e dentina periférica e evita falhas coesivas pela melhor distribuição de forças na interface adesiva (Sano et al.<sup>46</sup> 1994; Pashley et al.<sup>47</sup> 1999).

O significado dos testes de adesão e sua evolução vem sendo discutida por muitos autores (Oilo<sup>48</sup> 1993; Van Noort et al.<sup>49</sup>, 1989; Söderholm et al.<sup>50</sup> 1991; Prati et al.<sup>51</sup> 1994; Sudsangiam, Van Noort<sup>52</sup> 1999; Van Meerbeek et al.<sup>53</sup> 2010). Muitos destes pesquisadores duvidam da importância dos estudos laboratoriais, pois existe uma falta de correlação entre os resultados dos testes de adesão com resultados clínicos, ou seja, os resultados obtidos em testes laboratoriais não são extrapolados para a realidade clínica (Tyas<sup>54</sup> 1996; Sudsangiam, Van Noort<sup>52</sup> 1999; Van Meerbeek et al.<sup>53</sup> 2010). A adesão deve ser correlacionada com a habilidade de uma restauração ficar retida no lugar mesmo quando a retenção mecânica for pequena ou ausente. Essa capacidade pode ser observada nas restaurações feitas em lesões cervicais não cariosas (classe V), onde a resistência mecânica é pequena e normalmente não é efetuado nenhum tipo de preparo em dentina e esmalte (ADA<sup>55</sup> 2001). A Associação Americana de Odontologia (*American Dental Association*, ADA) definiu que, para um sistema adesivo preencher os requisitos ideais para ser utilizado, o mesmo deveria ter, após um ano e meio de longevidade, uma taxa de retenção de 90% (ADA<sup>55</sup> 2001). Muitos dos sistemas adesivos, principalmente os autocondicionantes de passo único, não foram aceitos pelos critérios da ADA (De Munck et al.<sup>56</sup> 2009).

Cumpre-se ressaltar, entretanto, que apesar do uso do teste de microtração para a avaliação do desempenho de sistemas adesivos no tempo

imediate e ao longo do tempo ter melhorado a correlação de estudos laboratoriais com os resultados de retenção em avaliações clínicas de restaurações de classe V (Van Meerbeek et al.<sup>53</sup> 2010), outros aspectos como adaptação e descoloração marginal, cárie adjacente à restauração e sensibilidade pós-operatória, só podem ser respondidas com ensaios clínicos aleatorizados. Desta forma, os estudos laboratoriais devem ser utilizados como forma de realizar uma seleção preliminar dos melhores materiais e somente estes serem levados para avaliações clínicas de longa duração.

Assim, faz-se necessário que os diferentes protocolos de aplicação dos sistemas adesivos, que já foram extensivamente estudados laboratorialmente, apresentando resultados desejáveis, sejam testados principalmente em situações clínicas, no intuito de desvendar um protocolo de adesão que resulte numa maior durabilidade das restaurações em resina composta ao longo do tempo.

## 2. PROPOSIÇÃO GERAL

O propósito deste estudo foi avaliar o efeito de diferentes protocolos de adesão na longevidade de diferentes sistemas adesivos, convencionais e autocondicionantes em um estudo laboratorial e dois estudos clínicos.

### 2.1 Objetivos específicos

1. Avaliar “*in vitro*” a resistência de união, ao longo do tempo, de sistemas adesivos autocondicionantes de um passo e dois passos, aplicados de acordo com as recomendações do fabricante.
2. Avaliar clinicamente a retenção de restaurações de classe V realizadas com sistemas adesivos convencionais de dois passos aplicados de maneira vigorosa em dentina seca ou úmida.
3. Avaliar clinicamente a retenção de restaurações de classe V realizadas com sistemas adesivos autocondicionantes aplicados de forma ativa ou passiva.

### 3. MATERIAL E MÉTODOS

#### 3.1 Pesquisa Laboratorial

##### Efeito do armazenamento em água por 6 meses na resistência de união de adesivos autocondicionantes à dentina

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (COEP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa, protocolo 052/2007 (Anexo A).

Para esta pesquisa foram utilizados 24 terceiros molares humanos, extraídos por indicação odontológica, limpos com escova Robson e pedra pomes em baixa rotação, em seguida armazenados em solução de timol a 0,5%. Para cada grupo experimental foram empregados 3 dentes.

##### Preparo dos dentes

A dentina foi exposta por meio de um corte realizado com disco diamantado (KG Sorensen, Barueri, São Paulo, SP, BR) em baixa rotação sob irrigação constante. As bordas periféricas em esmalte foram removidas com o auxílio de pontas diamantadas nº 2135 (KG Sorensen, Barueri, São Paulo, SP, BR) em alta rotação com irrigação constante, para que apenas tecido dentinário ficasse exposto para a confecção dos corpos-de-prova (cp) (**Figura 1**). Em seguida, para se obter uma *smear layer* padronizada, a dentina foi polida com lixas de carbeto de silício de granulação 600 (Extec, Enfield, CT, EUA) sob irrigação.



**Figura 1** – Preparo da superfície de dentina para adesão. Em (a) dente hígido; (b) superfície dentária plana em dentina; (c) superfície plana de dentina sem bordas periféricas de esmalte.

Os dentes foram então aleatoriamente divididos em grupos, de acordo com o sistema adesivo utilizado. Posteriormente, metade dos cps obtidos foi selecionada aleatoriamente para ser testada após 24 horas [24H] de armazenamento em água e a outra metade foi testada após 6 meses de armazenamento em água [6M].

### Procedimento Restaurador

Foram utilizados sete sistemas adesivos autocondicionantes disponíveis no mercado: Xeno IV (XE, Dentsply, York, PA, EUA), G-Bond (GB, GC Corp., Tóquio, JP), Clearfil S3 Bond (CS3, Kuraray Medical Inc, Tóquio, TO JP); Adper Prompt L-Pop (AD, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA); Go (GO, SDI Limited, Bayswater, VC, AUS), All Bond SE (em um ou dois passos, Bisco Inc, Schaumburg, IL, EUA) e Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray Medical Inc, Tóquio, TO, JP). O sistema adesivo All Bond SE foi utilizado tanto na opção de um passo clínico [1P] como dois passos clínicos [2P]. O delineamento do estudo pode ser visualizado na **Figura 2**.



**Figura 2** – Delineamento do Estudo

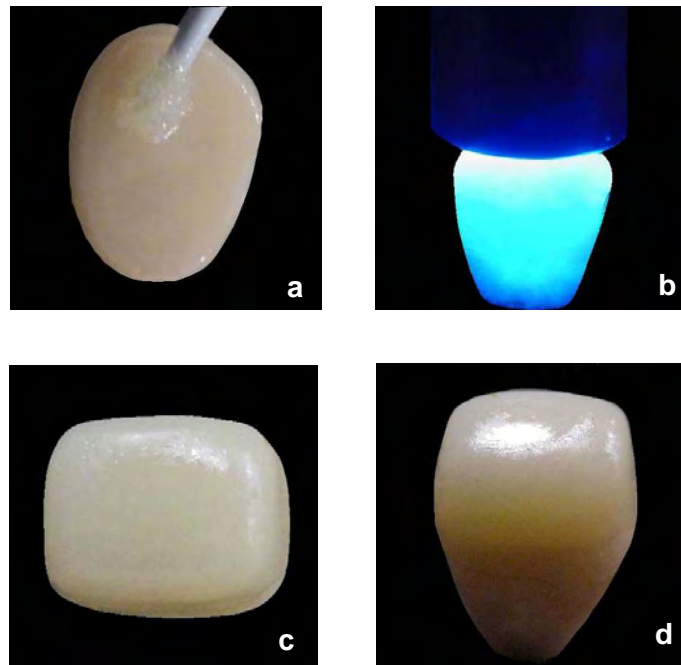
Todos os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as normas do fabricante; todas as etapas do procedimento adesivo e restaurador foram realizados por um único operador em ambiente com temperatura (24°C) e umidade relativa do ar controladas (75%). As características gerais de cada material, bem como sua forma de aplicação, estão expostas no **Quadro 1**.

A fotoativação dos sistemas adesivos foi realizada com uma unidade de lâmpada halógena VIP (Bisco Inc, Schaumburg, IL, EUA) (500 mW/cm<sup>2</sup>). Após o procedimento adesivo, foram confeccionadas “coroas” com resina composta Charisma (Heraeus Kulzer, Hanau, HS, DEU) com aproximadamente 3,0 mm de altura, em três incrementos de aproximadamente 1,0 mm, sendo cada um fotoativado por 40 s com o mesmo aparelho de lâmpada halógena com 500 mW/cm<sup>2</sup> de intensidade de luz (VIP) (**Figura 3**). Após a armazenagem em água destilada a 37°C durante 24 h, as amostras foram levadas para máquina de corte.

**Quadro 1 – Composição dos sistemas adesivos, modo de aplicação e lote.**

<b>Sistemas Adesivos, Composição, Modo de Aplicação e Lote</b>			
<b>Adesivo</b>	<b>Composição</b>	<b>Modo de Aplicação *</b>	<b>Lote</b>
Xeno IV (Dentsply)	UDMA, PENTA, acetona, trimetacrilato fotopolimerizável, DMA polimerizável, e fotoiniciadores.	1. Aplicar uma generosa camada de adesivo de maneira ativa por 15 s; 2. Aplicar uma segunda camada de maneira igual; 3. Remover os excessos de solvente com um jato de ar suave por 5 s a uma distância de 10 - 15 cm aproximando gradualmente até 10 mm de distância; 4. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> .	060817
GBond (GC Corp.)	4-MET, UDMA, monômero fosfato, DMA, carga de sílica coloidal, acetona, água e fotoiniciadores.	1. Aplicação de uma camada de adesivo de maneira ativa por 5 s; 2. Deixar o adesivo na superfície por 5 - 10 s sem agitação; 3. Secagem com jato de ar com pressão máxima por 5 s; 4. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> .	0606231
Clearfil S <sup>3</sup> Bond (Kuraray)	MDP; HEMA, Bis-GMA, metacrilatos hidrófobos, água, etil-álcool, di-canforoquinona e sílica coloidal silanizada.	1. Aplicar uma camada de adesivo de maneira ativa por 20 s; 2. Secagem com jato de ar com alta pressão por 10 s; 3. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> .	00054 <sup>a</sup>
Adper Prompt (3M ESPE)	Líquido A – água, monômero fosfato, HEMA, canforoquinona e dimetacrilato hidrófobos.  Líquido B – água, HEMA, ácido polialcenoico, estabilizadores.	1. Misturar uma gota de adesivo da parte A e uma gota de adesivo da Parte B 2. Aplicar uma camada de adesivo de maneira ativa por 15 s; 3. Aplicar um jato de ar suave por 10 s a 20 cm de distância; 4. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> .	225666 250246
Go (SDI)	Monômero fosfato éster, dimetacrilato, metacrilato, água, fluoreto de sódio, sílica, fotoiniciadores e estabilizadores.	1. Aplicar uma camada do adesivo em superfície úmida; 2. Deixar o adesivo na superfície por 20 s sem agitação; 3. Aplicar um jato de ar suave por 5 s; 4. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> .	144549
All Bond SE (Bisco)	Parte I – Etanol, benzeno de sódio sulfatado desidratado.  Parte II – Bis-glicidil 1,3 dimetacrilato fosfatado; hidroxietil metacrilato, bisfenil dimetacrilato.  All Bond SE liner: Bisfenol A, diglicidilmetacrilato, uretano dimetacrilato, hidroxietilmetacrilato, carga de vidro.	<u>PROCEDIMENTO A</u> 1. Misturar quantidades iguais da parte I e da parte II até uma mistura uniforme 2. Aplicação de uma camada de maneira vigorosa por 15 – 20 s; 3. Forte jato de ar por 15 s a 10 cm; 4. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> ; 5. Aplicar uma segunda camada do adesivo de forma ativa por 15 s, nos casos onde a superfície não estiver brilhando; 6. Forte jato de ar por for 15 s a 10 cm; 7. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup> <u>PROCEDIMENTO B</u> 8. Após os passos acima, uma fina camada de All Bond Se liner deve ser aplicada. 9. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup>	0600010907 0600007324 0600007395
Clearfil SE Bond (Kuraray)	Primer – água, MDP, HEMA, canforoquinona, dimetacrilato hidrófilos.  Adesivo – MDP, Bis-GMA, HEMA, canforoquinona, dimetacrilato hidrófobo, N,N-dietanol p-toluidina,	1. Aplicar uma camada do <i>primer</i> de maneira vigorosa por 20 s; 2. Aplicar jato de ar por 10 s a 20 cm; 3. Aplicar uma camada de adesivo; 4. Fotoativação por 10 s a 500 mW/cm <sup>2</sup>	00795 <sup>a</sup> 01158 <sup>a</sup>

\* A forma de aplicação dos sistemas adesivos preconizada foi a recomendada pelo fabricante e o tempo de fotoativação foi padronizado em 10 s a 500 mW/cm<sup>2</sup>.



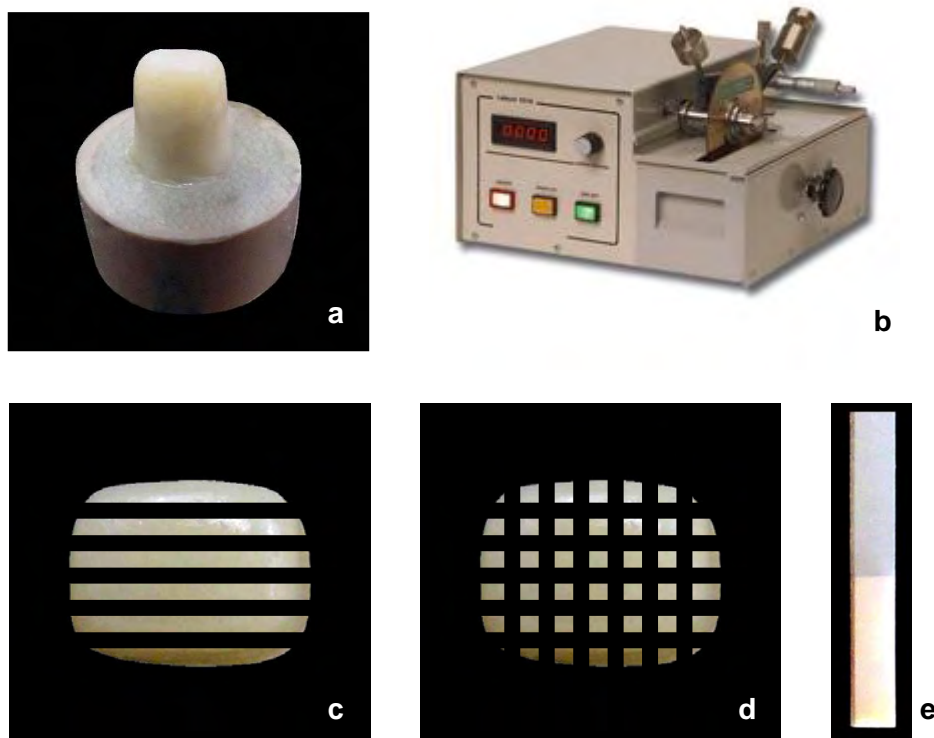
**Figura 3** – (a) aplicação do sistema adesivo; (b) fotoativação, (c) e (d) vista oclusal e lateral das coroas em resina composta.

### Preparo dos Corpos-de-Prova

Cada unidade experimental foi fixada com cera pegajosa a um dispositivo da máquina de corte Labcut 1010 Low Speed Diamond Saw (Extec, Enfield, CT, EUA) sob irrigação com a interface de união perpendicular ao disco de corte. Foram então realizadas duas sequências de cortes longitudinais (eixo x) e perpendiculares (eixo y) entre si para obtenção de cps com formato de “palitos” e com área de seção retangular de aproximadamente  $0,9 \pm 0,1 \text{ mm}^2$  (**Figura 4**). O número de falhas prematuras (FP), por dente, durante a preparação das amostras, foi registada. A área transversal de cada cp foi medida com paquímetro digital (Shimadzu, Tóquio, TO, JP) antes do teste para o cálculo da resistência de união.

Os palitos originados do mesmo dente foram divididos aleatoriamente, sendo metade testado imediatamente [24H] e o restante após 6 meses [6M] de armazenamento em água destilada contendo azida sódica 0,4% a 37° C. Desta forma, um total de 16 condições experimentais foram testadas. A solução de armazenamento não foi trocada durante todo o período de armazenamento e o seu pH foi monitorado mensalmente.





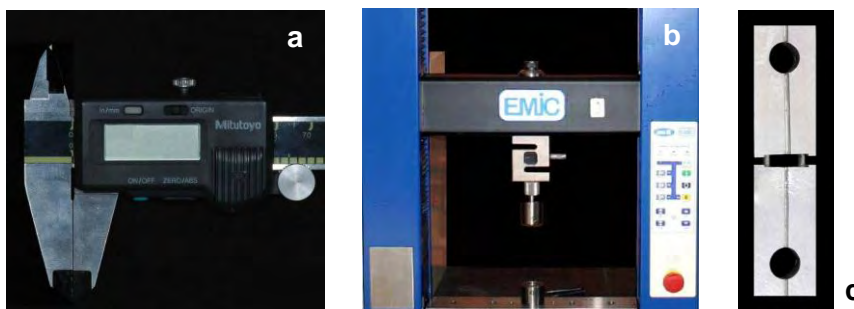
**Figura 4** – Sequência dos cortes para obtenção dos corpos-de-prova. Em (a) dente fixado com cera pegajosa ao dispositivo da máquina de corte; (b) máquina de corte Labcut 1010 (c) primeira sequência de cortes no eixo x; (d) segunda sequência de cortes no eixo y; em (e) cp pronto para teste (palito).

### Teste dos Corpos-de-Prova

Cada cp foi fixado com cola de cianoacrilato em gel da marca comercial Super Bonder (Loctite, São Paulo, SP, BR) a garra de Geraldeli (Odeme Biotechnology, Joaçaba, SC, BR), que foi acoplada à máquina de ensaios universal EMIC (São José dos Pinhais, PR, BR), de maneira que as tensões de tração ocorressem perpendicularmente à interface da colagem. A máquina foi operada a uma velocidade de 0,5 mm/min. Para calcular a tensão de ruptura de cada cp em MPa, a área da secção transversal dos cp foi mensurada com o auxílio de um paquímetro digital Absolute Digimatic (Mitutoyo, Tóquio, TO, JP) e então convertido para  $\text{cm}^2$  (**Figura 5**).

Os padrões de fratura foram avaliados em microscópio estereoscópico de luz (HMV-2) (Shimadzu, Tóquio, TO, JP) com aumento de 40x e classificados como: coesiva de resina composta; adesiva/mista na interface e coesiva de dentina. Apenas as falhas adesivas ou mistas foram consideradas

para fins estatísticos. Falhas coesivas (na dentina ou na resina composta) foram excluídas da análise.



**Figura 5** – Sequência para o teste de microtração. Em (a) paquímetro digital para a medição da área dos cp; (b) máquina utilizada para o teste de microtração (EMIC); (c) garra para o teste de microtração.

A unidade experimental, no presente, estudo foi o dente, o que significa que o valor de um determinado grupo, em cada período de teste é a média de três dentes. Duas análises estatísticas foram realizadas. A primeira abordagem não incluiu os espécimes com falhas prematuras na média de dente, enquanto na segunda, os mesmos foram inclusos na média do dente. Os dados de resistência de união foram então submetidos ao teste de análise de variância (ANOVA) e teste de Tukey para contraste das médias ( $\alpha = 0,05$ ). As médias obtidas com e sem a inclusão das falhas prematuras em cada tempo foram comparadas utilizando um teste t de Student com um nível de significância pré-estabelecido ao nível de 5%.

## **3.2 Pesquisa Clínica 1**

### **Ensaio clínico aleatorizado sobre o efeito da umidade dentinária e da aplicação vigorosa, na longevidade de sistemas adesivos convencionais de dois passos**

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (COEP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa, sob o número de protocolo 1743/06 (Anexo B).

Este estudo foi um ensaio clínico randomizado, duplo-cego com uma taxa de alocação igual entre os quatro grupos em avaliação. Este estudo foi conduzido na clínica do curso de Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

#### **Seleção dos materiais**

Foram empregados neste estudo a resina composta Filtek Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) e os sistemas adesivos Single Bond (Bisco, Inc, Schaumburg, IL, EUA) (solventes etanol e água) e One Step (Bisco, Inc, Schaumburg, IL, EUA) (solvente acetona). Os adesivos foram aplicados em dentina úmida ou seca. A composição dos sistemas adesivos está exposta na **Tabela 1**.

#### **Seleção dos pacientes**

#### **Crítérios de inclusão**

Os pacientes deveriam ser saudáveis e ter no mínimo 20 dentes em oclusão. No mínimo quatro lesões cervicais de mesmo tamanho (erosão, abrasão e/ou abfração) sob oclusão foram requeridas por paciente. As lesões deveriam ser expulsivas, sem retenções, e não mais que 50% da margem cavo-superficial em esmalte (Loguercio et al.<sup>57</sup> 2003). A parede cervical deveria estar localizada em dentina.

## **Cr terios de exclus o**

Pacientes com pouca higiene ou com bruxismo n o foram inclu dos no estudo. Les es apresentando hipersensibilidade foram exclu das do estudo (Swift Jr et al.<sup>58</sup> 2001). Pacientes com pr teses extensas (fixas ou remov veis) tamb m n o foram inclu dos. Os pacientes que obedeciam aos cr terios de inclus o e exclus o do estudo receberam orienta o em higiene bucal.

## **Avalia o e registro das les es**

Na primeira sess o de atendimento, foi realizada uma anamnese detalhada para averigua o do estado de sa de geral e bucal do paciente. Estando dentro dos cr terios de inclus o do estudo, os pacientes assinaram o termo de compromisso livre e esclarecido. Em seguida foram realizadas radiografias interproximais e periapicais das  reas envolvidas, a fim de se verificar a presen a ou n o de c ries interproximais, les es periapicais e an lise das condi oes periodontais. Em todos os casos, a avalia o foi feita pelo operador (diretamente) e por outros dois examinadores independentes e calibrados, com mais de cinco anos de experi ncia cl nica.

Todas as les es, previamente   execu o das restaura oes, foram fotografadas com m quina fotogr fica digital (Nikon D-70 acoplada   lente 105 AF micro Nikkor, T quio, TO, JP) em tr s posi oes: vestibular, proximal (mesial) e oclusal. As fotografias da face vestibular foram utilizadas para a mensura o do grau de esclerose (Swift et al.<sup>58</sup> 2001) e da quantidade de esmalte/dentina ao redor da les o. A fotografia da face proximal (mesial) foi tomada para auxiliar na mensura o da angula o da cavidade e a fotografia por oclusal para verificar a presen a de facetas de desgastes oclusais (**Figura 1**).

Para que os dentes fossem inclu dos no estudo, uma avalia o pr via foi feita pelo operador (diretamente) e por outros dois examinadores independentes e calibrados. Uma ficha padr o foi utilizada (Ap ndice A), onde foram observados os seguintes cr terios:

1. grau de esclerose de acordo com as defini oes do **Quadro 1**;

2. as dimensões das cavidades em milímetros (altura, largura e profundidade), registradas com auxílio de uma sonda milimetrada (**Figura 2**);
3. a geometria da cavidade (verificada através de fotografias de perfil da lesão e classificadas em  $<45^\circ$ ,  $45^\circ - 90^\circ$ ,  $90^\circ - 135^\circ$ ,  $>135^\circ$ );
4. se a borda cervical estava em dentina;
5. presença ou ausência de faceta de desgaste oclusal; presença ou ausência de sensibilidade a estímulos (espontânea, ao jato de água, ao jato de ar e à pressão da sonda exploradora).

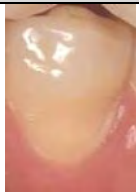

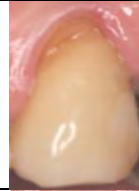



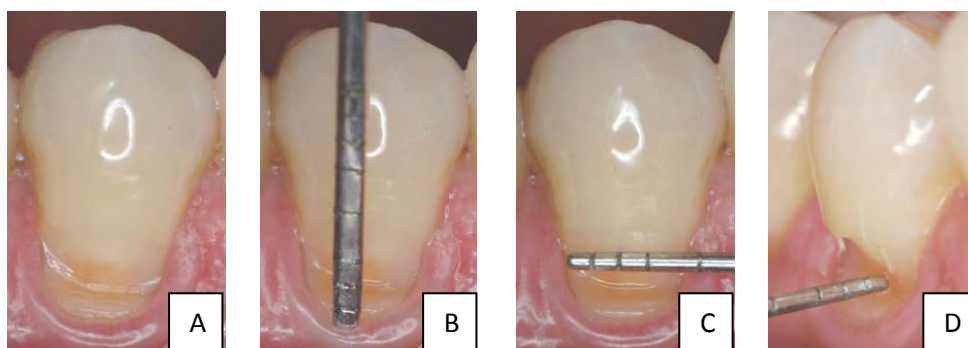
**Figura 1** – Registro fotográfico das lesões cervicais.

### **Cálculo do tamanho da amostra**

Para se determinar uma diferença de 20% entre os grupos com um nível alfa de 5% e um poder estatístico de 80%, o tamanho da amostra foi minimamente estimada em 36 dentes para cada grupo em cada estudo, perfazendo um total de 40 pacientes. Desta forma, foram selecionados 40 pacientes de ambos os sexos, em atendimento na Clínica de Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, PR.

**Quadro 1** - Escala de dentina esclerosada (\*)

Categoria		Critério
1		Ausência de esclerose, dentina amarelo-clara ou esbranquiçada com menor descoloração. Opaca com pouca translucidez ou transparência.
2		Mais do que a categoria 1, menos próximo comparativamente com as categorias 3 e 4.
3		Menos que a categoria 4, mais próximo comparativamente com as categorias 1 e 2.
4		Apresenta esclerose. A dentina apresenta-se amarelo-escuro ou descolorada (marrom), tem aparência vítrea, com significante translucidez ou evidente transparência.
<p>(*) Baseada na escala desenvolvida por Dr. Steven E. Duke da Universidade do Centro de Ciências da Saúde de San Antonio Texas (EUA) e modificada pelo departamento de Dentística da Faculdade de Odontologia da Carolina do Norte.</p>		



**Figura 2** – Dimensões da cavidade em milímetros. (A) mostra a lesão cervical não cariada; (B) medindo a altura; (C) a largura; (D) a profundidade com o auxílio de uma sonda milimetrada.

## **Restauração propriamente dita**

Todos os pacientes foram informados da natureza e do objetivo do estudo, e assinaram um termo de consentimento livre e esclarecido para participarem deste estudo (Apêndice B), no entanto, eles não tinham conhecimento sobre a localização de cada material utilizado.

Todas as lesões foram restauradas por três operadores previamente treinados e calibrados, sob supervisão de um clínico experiente. Cada paciente recebeu no mínimo quatro restaurações, nas quais os materiais foram aleatoriamente distribuídos por sorteio. As lesões foram preparadas como segue: 1) anestesia (Citanest, Dentsply Petrópolis, RJ, BR); 2) limpeza com pasta de pedra-pomes e água (SS White Prod. Odontol. Ltda, Petrópolis, RJ, BR) com taça de borracha (#8040RA, KG Sorensen, Barueri, SP, BR) seguido de enxágue e secagem; 3) seleção da cor; 4) isolamento com lençol de borracha (SS White Prod. Odontol. Ltda. Petrópolis, RJ, BR); 5) nova profilaxia dentária. Nenhuma retenção adicional ou bisel foram realizados.

A seguir, as restaurações foram confeccionadas de acordo com os seus grupos experimentais. Em todos os grupos a aplicação do sistema adesivo foi vigorosa, existindo a variação da umidade dentinária. Desta forma os grupos foram: One Step reumedecido [OSR], One Step seco [OSS], Single Bond reumedecido [SBR] e Single Bond seco [SBS]. As cavidades foram então restauradas com aproximadamente 3 incrementos de resina composta Filtek Z250, sendo cada uma delas fotoativada por 30 s com um aparelho de luz VIP a  $600 \text{ mW/cm}^2$  (Bisco, Schaumburg, IL, EUA). A forma de aplicação dos sistemas adesivos está descrita na **Tabela 1**.

Tabela 1 - Sistemas adesivos, composição e modo de aplicação.

Sistema Adesivo	Composição	Modo de Aplicação			
		Passo 1: Condicionamento	Passo 2: Umidade Dentinária		Passo 3: Aplicação
			Grupo Reumedecido	Grupo Seco	
One Step (Bisco)	Ácido: Uni-etch (Bisco) Ácido fosfórico a 32%  Adesivo: Bis-GMA*, BPDM †, HEMA ± iniciadores, acetona	Condicionamento com ácido fosfórico por 15 s  Lavagem com água por 15 s	Jato de ar comprimido livre de óleo por 15 s  Reumedecimento com microbrush úmido	Secagem com jato de ar comprimido livre de óleo por 15 s	Aplicação de duas camadas de adesivo de forma vigorosa  Aplicação de jato de ar por 10 s a 20 cm de distância  Fotoativação por 10 s a 600 mW/cm <sup>2</sup>
Adper Single Bond (3M ESPE)	Ácido: Scotchbond Etchant (3M ESPE) Ácido fosfórico a 35%  Adesivo: Bis-GMA*, HEMA ±, dimetacrilatos, copolímeros do ácido polialcenóico, iniciadores, água e etanol	Condicionamento com ácido fosfórico por 15 s  Lavagem com água por 15 s	Jato de ar comprimido livre de óleo por 15 s  Reumedecimento com microbrush úmido	Secagem com jato de ar comprimido livre de óleo por 15 s	Aplicação de duas camadas de adesivo de forma vigorosa  Aplicação de jato de ar por 10 s a 20 cm de distância  Fotoativação por 10 s a 600 mW/cm <sup>2</sup>

\* Bis-GMA: Bisfenol A-glicidil metacrilato

† BPDM: Bisfenil dimetacrilato

± HEMA: 2-Hidroxietil metacrilato

### Acabamento e polimento

O acabamento inicial foi feito com lâmina de bisturi e pontas diamantadas F e FF (# 3034, KG Sorensen, São Paulo, SP, BR) para definição da forma anatômica. O polimento foi executado na mesma sessão com os discos abrasivos Sof-Lex Pop-On (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), de acordo com as recomendações do fabricante. A sequência dos procedimentos clínicos está exposta na **Figura 3**.





Figura 3 – Sequência dos procedimentos clínicos realizados.

## **Avaliação e análise estatística**

Dois examinadores calibrados que não participaram das etapas clínicas do estudo e que, portanto, desconhecem as condições e localização dos grupos experimentais, fizeram a avaliação clínica direta das restaurações nos diferentes períodos de acompanhamento. A análise foi independente e executada com o auxílio de espelho clínico, sonda exploradora e com isolamento relativo. Quando existiu discordância entre os examinadores, um consenso foi obtido antes que o paciente fosse dispensado.

A análise inicial (*baseline*) foi realizada imediatamente após a remoção do isolamento absoluto e uma semana após, para confirmação da correta restauração. Os critérios do United States Public Health Service (USPHS), adaptados de Loguercio et al.<sup>57</sup> (2003) foram empregados para avaliação das restaurações (**Quadro 2**). Durante cada consulta de acompanhamento uma ficha de avaliação foi preenchida. Quando detectada uma alteração acentuada (bravo em qualquer item de avaliação) no *baseline*, a restauração foi substituída e uma nova avaliação inicial foi realizada.

Após 6, 12, e 24 meses, os pacientes foram chamados outra vez e as restaurações foram avaliadas pelos mesmos critérios, novamente pelos mesmos dois examinadores. Em cada estudo clínico, as diferenças nos índices dos diferentes grupos no mesmo período de avaliação e as diferenças para um mesmo grupo nos diferentes períodos de avaliação (imediate, 6, 12 e 24 meses) foram submetidas ao teste de medidas repetidas de Friedman ( $\alpha = 0,05$ ) e, para as diferenças encontradas, os grupos foram comparados pelo teste de Wilcoxon ( $\alpha = 0,05$ ). Como uma forma de medir a concordância entre os examinadores, a estatística de Cohen's Kappa foi usada.

**Quadro 2 –** Categoria dos critérios USPHS para avaliação.

<b><i>Categoria</i></b>	<b><i>Tipo de Inspeção</i></b>	<b><i>Escala de Classificação</i></b>
Retenção	Inspeção visual com explorador e espelho	<b>A:</b> retido <b>B:</b> parcialmente retido <b>C:</b> perdido
Adaptação Marginal		<b>A:</b> fenda ao longo da margem indetectável <b>B:</b> detectável V - defeito apenas em esmalte <b>C:</b> detectável V – defeito formado na junção amelodentinária
Lesão de cárie adjacente à restauração		<b>A:</b> nenhuma evidência de cárie <b>B:</b> evidência de cárie ao longo da restauração
Sensibilidade Pós-Operatória	Perguntando ao Paciente	<b>A:</b> nenhuma sensibilidade em algum momento do procedimento restaurador e durante o período de estudo <b>B:</b> experiência de sensibilidade em algum momento do procedimento restaurador e durante o período de estudo
Descoloração Marginal	Inspeção visual com espelho	<b>A:</b> nenhuma descoloração ao longo da margem <b>B:</b> mancha superficial (de fácil remoção) <b>C:</b> mancha profunda

### 3.3 Pesquisa Clínica 2

#### Desempenho clínico de diferentes sistemas adesivos autocondicionantes aplicados de maneira ativa na dentina: análise de 24 meses

O presente estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa (COEP) da Universidade Estadual de Ponta Grossa, sob o protocolo 6291/06 (Anexo 3). Sendo que seu delineamento experimental seguiu a declaração CONSORT (Schulz et al.<sup>59</sup> 2011).

Este estudo avaliou dois sistemas adesivos autocondicionantes de um passo, aplicados de forma ativa e inativa, seguindo o desenho experimental de um ensaio clínico aleatorizado duplo-cego com uma taxa de alocação igual entre os quatro grupos em avaliação. Este estudo foi conduzido na clínica do curso de Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa.

#### Seleção dos materiais

Foram empregados neste estudo a resina micro-híbrida Esthet X (Dentsply Caulk, ML, EUA), dois sistemas adesivos auto-condicionantes de um passo: Xeno III (Dentsply Caulk, ML, EUA) e Adper Prompt L-Pop (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA). A composição dos materiais utilizados está descrita na **Tabela 1** e sua apresentação comercial na **Figura 1**.



**Figura 1** – (a) resina composta Esthet X, (b) sistema adesivo Xeno III, (c) sistema adesivo Adper Prompt LPop.

**Tabela 1** - Composição e número do lote dos materiais empregados neste estudo.

<b>Sistema Adesivo (Fabricante)</b>	<b>Composição</b>	<b>Lote</b>
Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)	Líquido 1 (blister vermelho): Bis-GMA, éster fosfórico metacrilato, iniciadores a base de canforoquinona e estabilizadores Líquido 2 (blister amarelo): HEMA, água, ácido polialcenóico e estabilizadores	225666
Xeno III (Dentsply)	Líquido A: água, etanol, BHT, HEMA, UDMA e nanopartículas Líquido B: ácido fosfórico modificado, polimetacrilatos, metacrilatos modificados, PEM-F, UDMA, canforoquinona, 4-etil dimetilaminobenzoato	06055000261
Esthet X (Dentsply)	Parte orgânica: Bis- HEMA, Bis-GMA, UDMA, TEGDMA Parte Inorgânica: partículas de sílica de 0,6 µm (0,01 - 3,5 µm) 83% de partículas Conteúdo adicional: estabilizadores, catalizador e pigmentos.	010221

Bis-GMA: bisfenol A diglicidil metacrilato , Bis-HEMA: bisfenol 2-hidroxiethylmetacrilato, HEMA: 2-hidroxiethylmetacrilato, BHT: hidroxitolueno butilado, UDMA: uretano dimetacrilato, TEGDMA: trirtilenoglicol dimetacrilato

## Seleção dos pacientes

### Critérios de inclusão

Um total de 48 pacientes foram analisados para verificar se atendiam aos critérios de inclusão e exclusão do estudo. Os pacientes deveriam ter pelo menos 18 anos, serem saudáveis e terem no mínimo 20 dentes em oclusão. Cada paciente deveria possuir no mínimo quatro lesões cervicais não cariosas de mesmo tamanho sob oclusão. As lesões deveriam ser expulsivas, sem retenções, e não mais que 50% da margem cavo-superficial em esmalte (Loguercio et al.<sup>57</sup> 2003). A parede cervical deveria estar localizada em dentina.

### Critérios de exclusão

Pacientes com pouca higiene ou com bruxismo não foram incluídos no estudo. Lesões apresentando hipersensibilidade foram excluídas do estudo (Swift Jr et al.<sup>58</sup> 2001). Pacientes com próteses extensas (fixas ou removíveis) também não foram incluídos. Os pacientes que obedeciam aos critérios de

inclusão e exclusão do estudo receberam orientação em higiene bucal, duas semanas antes da execução dos procedimentos restauradores.

### **Avaliação e registro das lesões**

Na primeira sessão de atendimento, foi realizada uma anamnese detalhada para averiguação do estado de saúde geral e bucal do paciente. Estando dentro dos critérios de inclusão do estudo, os pacientes assinaram o termo de compromisso livre e esclarecido. Em seguida foram realizadas radiografias interproximais e periapicais das áreas envolvidas, a fim de se verificar a presença ou não de cáries interproximais, lesões periapicais e análise das condições periodontais. Em todos os casos, a avaliação foi feita pelo operador (diretamente) e por outros dois examinadores independentes e calibrados.

Todas as lesões, previamente à execução das restaurações, foram fotografadas com máquina fotográfica digital (Nikon D-70 acoplada a lente 105 AF micro Nikkor, Tóquio, TO, JP) em três posições: vestibular, proximal (mesial) e oclusal. As fotografias da face vestibular foram utilizadas para a mensuração do grau de esclerose (Swift et al.<sup>58</sup> 2001) e da quantidade de esmalte/dentina ao redor da lesão. A fotografia da face proximal (mesial) auxiliará na mensuração da angulação da cavidade e a fotografia por oclusal na verificação da presença de facetas de desgastes oclusais (**Figura 2**).

Para que os dentes fossem incluídos no estudo, uma avaliação prévia foi feita pelo operador e por outros dois examinadores independentes e calibrados. Uma ficha padrão (Apêndice A) foi utilizada, onde foram observados os seguintes critérios:

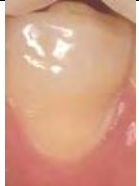

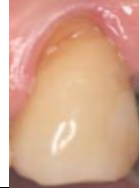

1. grau de esclerose de acordo com as definições do **Quadro 1**;
2. as dimensões das cavidades em milímetros (altura, largura e profundidade), registradas com auxílio de uma sonda milimétrica (**Figura 3**);
3. a geometria da cavidade (verificada através de fotografias de perfil da lesão e classificadas em  $<45^\circ$ ,  $45^\circ - 90^\circ$ ,  $90^\circ - 135^\circ$ ,  $>135^\circ$ );
4. se a borda cervical estava em dentina;

5. presença ou ausência de faceta de desgaste oclusal; presença ou ausência de sensibilidade a estímulos (espontânea, ao jato de água, ao jato de ar e à pressão da sonda exploradora).

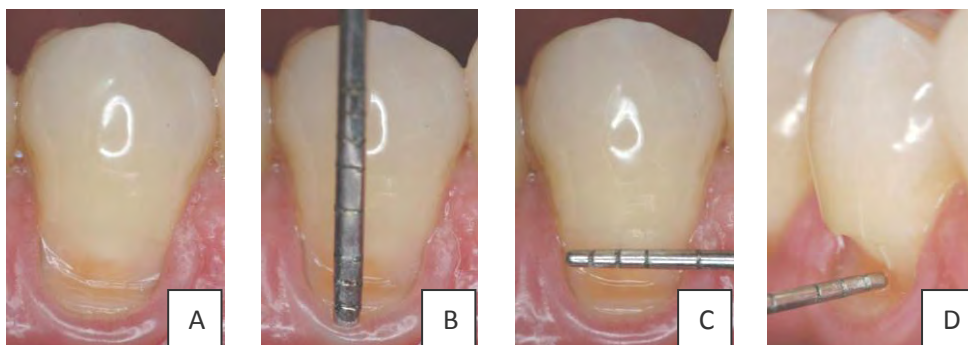


**Figura 2** – Registro fotográfico das lesões cervicais.

**Quadro 1** - Escala de dentina esclerosada (\*)

Categoria		Critério
1		Ausência de esclerose, dentina amarelo-clara ou esbranquiçada com menor descoloração. Opaca com pouca translucidez ou transparência.
2		Mais do que a categoria 1, menos próximo comparativamente com as categorias 3 e 4.
3		Menos que a categoria 4, mais próximo comparativamente com as categorias 1 e 2.
4		Apresenta esclerose. A dentina apresenta-se amarelo-escura ou descolorada (marrom), tem aparência vítrea, com significante translucidez ou evidente transparência.
<p>(*) Baseada na escala desenvolvida por Dr. Steven E. Duke da Universidade do Centro de Ciências da Saúde de San Antonio Texas (EUA) e modificada pelo departamento de Dentística da Faculdade de Odontologia da Carolina do Norte.</p>		





**Figura 3** – Dimensões da cavidade em milímetros. (A) mostra a lesão cervical não cariosa; (B) medindo a altura; (C) a largura; (D) a profundidade com o auxílio de uma sonda milimetrada.

### **Cálculo do tamanho da amostral**

Para se determinar uma diferença de 25% entre os grupos com um nível alfa de 0,05 e um poder estatístico de 80%, o tamanho da amostra foi minimamente estimado em 31 dentes para cada grupo em cada estudo, perfazendo um total de 31 pacientes. Desta forma, foram selecionados 31 pacientes de ambos os sexos, em atendimento na Clínica de Odontologia da Universidade Estadual de Ponta Grossa, Ponta Grossa, PR.

### **Calibração dos Operadores**

Para o processo de calibração dos operadores, um clínico experiente realizou previamente uma restauração de cada grupo, a fim de identificar todos os passos envolvidos na técnica de aplicação dos materiais. Em seguida, cada operador realizou quatro restaurações para cada grupo, sob a supervisão do clínico experiente. Quando existiu alguma falha no procedimento restaurador, a mesma foi mostrada ao operador em questão, antes do início do estudo, para que fosse sanada. Só depois disso, os operadores foram considerados calibrados para realizar os procedimentos restauradores.

Os mesmos operadores treinados que participaram da triagem dos pacientes, executaram as restaurações sob a supervisão de um clínico experiente. Todos os participantes receberam quatro restaurações, uma de



cada grupo experimental, em diferentes dentes com características semelhantes, tais como a forma, profundidade e esclerose dentinária. O operador determinou qual a ordem dos dentes a serem restaurados. Em seguida, de forma aleatória, por meio de sorteio, uma terceira pessoa não envolvida no processo escolheu um papel onde estava escrito o nome do grupo a ser restaurado.

### **Restauração propriamente dita**

Todos os pacientes foram informados da natureza e do objetivo do estudo, e assinaram um termo de consentimento livre e esclarecido para participarem deste estudo (Apêndice A), no entanto eles não tinham conhecimento sobre a localização de cada material utilizado.

Todas as lesões foram restauradas por três operadores previamente treinados e calibrados, sob supervisão de um clínico experiente. Cada paciente recebeu no mínimo quatro restaurações, nas quais os materiais foram aleatoriamente distribuídos. As lesões foram preparadas como segue: 1) anestesia (Mepiv 3%, Nova DFL, Rio de Janeiro, RJ, BR); 2) limpeza com pasta de pedra-pomes e água (SS White Prod. Odontol. Ltda, Petrópolis, RJ, BR) com taça de borracha (#8040RA, KG Sorensen, Barueri, SP, BR) seguido de enxágue e secagem; 3) seleção da cor; 4) isolamento absoluto com lençol de borracha (SS White Prod. Odontol. Ltda. Petrópolis, RJ, BR); 5) nova profilaxia dentária. Nenhuma retenção adicional ou bisel foram realizados.

A seguir as restaurações foram confeccionadas de acordo com os seus grupos experimentais. Os adesivos Adper Prompt L-Pop (3M ESPE, St Paul, MN, EUA) e Xeno III (Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA) foram aplicados de maneira ativa ou passiva, totalizando quatro grupos: Xeno Passiva [XEP], Xeno Ativa [XEA], Adper Prompt L-Pop Passiva [APP] e Adper Prompt L-Pop Ativa [APA].

1. Aplicação Passiva: nesses grupos o adesivo foi apenas espalhado na superfície da dentina, por aproximadamente 3 s e deixado por 15 a 20 s sem movimentação (**Tabela 2**). Em seguida um jato de ar comprimido foi aplicado por 10 s, com pressão de aproximadamente 0,27 MPa.

2. Aplicação Ativa: o sistema adesivo foi aplicado de forma vigorosa na superfície da dentina por aproximadamente 15 a 20 s. A pressão foi equivalente a aproximadamente  $34,5 \pm 6,9$  g. Em seguida um jato de ar comprimido foi aplicado por 10 s a uma distância de 20 cm com pressão de 0,27 MPa.

As restaurações foram feitas de maneira incremental, com três incrementos de resina Esthet X (Dentsply Caulk, Milford, DE, EUA), cada incremento foi fotoativado por 40 s por lâmpada halógena a  $600 \text{ mW/cm}^2$  (VIP light-curing unit, Bisco Inc. Schaumburg, IL, EUA). A forma de aplicação dos sistemas adesivos está descrita na **Tabela 2 e Figura 4**.

**Tabela 2** – Sistema adesivo e modo de aplicação.

Sistema Adesivo (Fabricante)	Modo de Aplicação	Sequência de Aplicação (*)
Adper Prompt L-Pop (3M ESPE)	Aiva (recomendação do fabricante)	a, b1, c, b1, c, d
	Passiva	a, b2, c, b2, c, d
Xeno III (Dentsply)	Ativa	a, b3, c, d
	Passiva (recomendação do fabricante)	a, b4, c, d

(\*) **a**: Dispensar quantidades iguais do líquido A ou 1 líquido B ou 2 e misturá-los 5 s;

**b1**: Aplicar uma camada de adesivo de forma ativa por 15-20 s;

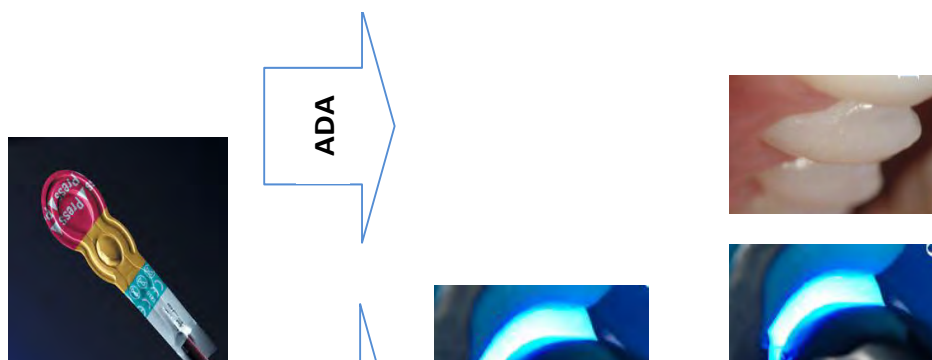
**b2**: Aplicar uma camada passivamente e deixar o adesivo na superfície por 5 - 10 s sem agitação

**b3**: Aplicar uma camada de adesivo com agitação por 20 s;

**b4**: Aplicar uma camada de adesivo passivamente e deixar o adesivo na superfície por 20 s sem agitação;

**c**: Jato de ar por 10 s at 20 cm;

**d**: Fotoativação 10 s -  $600 \text{ mW/cm}^2$



**Figura 4:** Sequência dos procedimentos clínicos realizados.

### **Acabamento e polimento**

O acabamento inicial foi feito com lâmina de bisturi e pontas diamantadas F e FF (# 3034, KG Sorensen, São Paulo, SP, BR) para definição

da forma anatômica. O polimento foi executado na mesma sessão com os discos abrasivos Sof-Lex Pop-On (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), de acordo com as recomendações do fabricante.

### **Avaliação e análise estatística**

Dois examinadores calibrados, que não participaram das etapas clínicas do estudo e que, portanto desconheciam as condições e localização dos grupos experimentais, fizeram a avaliação clínica direta das restaurações nos diferentes períodos de acompanhamento. A análise foi independente e executada com o auxílio de espelho clínico, sonda exploradora e com isolamento relativo. Quando existiu discordância entre os examinadores, um consenso foi obtido antes que o paciente fosse dispensado (Cvar, Ryge<sup>60</sup> 2005).

A análise inicial (*baseline*) foi realizada imediatamente após a remoção do isolamento absoluto e uma semana após, para confirmação da correta restauração. A estratégia de avaliação sugerida por Hickel et al.<sup>61</sup> 2007; Hickel et al.<sup>62</sup> 2010 foi adotada para todos os períodos de avaliação. Apenas os critérios mais importantes sugeridos pela ADA foram avaliados. No item propriedades estéticas, apenas a descoloração marginal foi analisada. Para as propriedades funcionais, foram avaliadas a adaptação marginal e a presença de fraturas ou ausência de retenção das restaurações. Por fim, lesões de cáries recorrentes e sensibilidade pós-operatória foram avaliadas no aspecto biológico (**Quadro 2**). Durante cada consulta de acompanhamento, uma ficha de avaliação foi preenchida. Quando detectada uma alteração acentuada no *baseline*, a restauração foi substituída e uma nova avaliação inicial foi realizada.

Essas variáveis foram classificadas em: clinicamente muito bom, clinicamente bom, clinicamente suficiente/satisfatório; clinicamente insatisfatória e clinicamente deficiente. Ambos os examinadores avaliaram todas as restaurações de forma independente. Na falta de concordância entre examinadores os mesmos deveriam alcançar um consenso antes que o participante fosse dispensado.

As taxas de retenção das restaurações foram calculadas de acordo com as orientações da (ADA <sup>55</sup> 2001).

Porcentagem cumulativa =  $[(PF + NF) / (PF + RR)] \times 100\%$ , onde PF é o número de falhas prévias antes da atual avaliação, NF é o número de novas falhas durante a avaliação atual e RR é o número de restaurações atualmente avaliadas.

Uma análise descritiva foi usada para descrever a distribuição dos critérios avaliados. Foi realizada uma análise estatística para cada item, assim como para cada propriedade. Os efeitos do adesivo, a forma de aplicação, e os diferentes tempos foram avaliados por meio de um modelo linear generalizado misto associado a uma função de ligação.

Este modelo foi empregado porque os critérios: adaptação marginal e recorrência de cárie apresentaram apenas duas respostas e, portanto, um modelo binário teve de ser empregado para esta análise. Para todos os outros itens um modelo multinomial foi utilizado. O paciente foi considerado como a medida repetida, pois os quatro grupos foram sempre colocados no mesmo paciente.

Duas diferentes análises estatísticas foram executadas. Uma seguindo a abordagem de intenção de tratar, protocolo que incluiu todos os dentes em seus grupos originalmente randomizados, mesmo aqueles que não foram capazes de serem analisados em alguma das avaliações. Neste caso, o último dado determinado na avaliação anterior foi imputado na avaliação ausente. A segunda abordagem, menos conservadora, seguiu o protocolo de tratamento, em que os participantes com dados faltantes foram excluídos da análise estatística.

Quadro 2: Critérios de avaliação FDI.

Critérios Avaliados →	Propriedades Estéticas	Propriedades Funcionais		Propriedades Biológicas	
	Classificação ↓	1. Descoloração marginal	2. Fraturas e retenção	3. Adaptação marginal	4. Sensibilidade Pós-operatória
<b>1. Clinicamente muito bom</b>	1.1 Ausência de descoloração marginal	2.1 Restauração retida, ausência de fraturas e rachaduras	3.1 Interface harmônica, ausência de fendas e descolorações	4.1 Ausência de hipersensibilidade	5.1 Ausência de cáries secundárias ou primárias
<b>2. Clinicamente bom (após pequenas correções passa a muito bom)</b>	1.2 Pequena descoloração marginal, facilmente removida com polimento	2.2 Pequena fissura ou trinca	3.2.1 Fenda de 50 µm 3.2.2 pequena fratura marginal removível com polimento	4.2 Pequena sensibilidade por um limitado período de tempo	5.2 Muito pequena e localizada desmineralização, sem necessidade de tratamento
<b>3. Clinicamente suficiente/satisfatório</b>	1.3 Moderada descoloração marginal, não esteticamente inaceitável	2.3 Duas ou mais fissuras/trincas, lascado (não afetando a integridade marginal)	3.3.1 Fendas > que 150 µm, sem possibilidade de remoção 3.3.2 Várias pequenas fraturas em esmalte e dentina	4.3.1 Prematura / levemente mais intensa  11.3.2 Atrasada / pequena sensibilidade; ausência de queixas subjetivas, não é necessário tratamento	5.3 Grandes áreas de desmineralização, mas apenas medidas preventivas são tomadas (não existe dentina exposta)
<b>4. Clinicamente insatisfatório (reparo por razões profiláticas)</b>	1.4 Pronunciada descoloração marginal, grande intervenção necessária para melhoria	2.4 Lascado com danos a integridade marginal, fraturas grandes com ou sem perda parcial (menos da metade da restauração)	3.4.1 Fendas > que 250 µm ou dentina exposta 3.4.2 Danos e fraturas marginais importantes 3.4.3 Notável fratura em esmalte e/ ou dentina	4.4.1 Prematura / muito intensa 4.4.2 Extremamente atrasada, fraca com queixas subjetivas 4.4.3 Intervenção desnecessária	5.4 Cáries com cavitação (localizada e acessível, podendo ser reparada)
<b>5. Clinicamente pobre (reposição necessária)</b>	1.5 Profunda descoloração marginal, não acessível para intervenções	2.5 Perda parcial ou completa da restauração (maior que a metade da restauração)	3.5 A camada restauradora está solta, porém in situ	4.5 Muito intensa, pulpíte aguda ou ausência de vitalidade  Tratamento endodôntico faz-se necessário e a substituição da restauração em seguida	5.5 Cárie secundária profunda ou dentina exposta, sem acesso para reparar a restauração
Aceitável ou não aceitável (n, % e razões)	Critérios estéticos	Critérios funcionais		Critérios biológicos	

## Artigo 1

### Artigo Publicado:

Zander-Grande C, Loguercio AD, Stanislawczuk RG, Martins GC, Gomes OMM, Reis A. The effect of 6-month water storage on the bond strength of self-etch adhesives bonded to dentin. *Am J Dent*. 2011; 24:239-244.

---

Research Article

---

### **The effect of 6-month water storage on the bond strength of self-etch adhesives bonded to dentin**

**CHRISTIANA ZANDER-GRANDE, DDS, MS, ALESSANDRO D. LOGUERCIO, DDS, MS, PhD, RODRIGO STANISLAWCZUK, DDS, MS, GISLAINE CRISTINE MARTINS, DDS, MS, OSNARA MARIA MONGRUEL GOMES, DDS, MS, PhD & ALESSANDRA REIS, DDS, PhD**

**ABSTRACT: Purpose:** To evaluate the microtensile bond strengths ( $\mu$ TBS) of 1-step vs. 2-step self-etch systems to dentin after 24 hours and after 6 months of water storage. **Methods:** Resin composite buildups were bonded to occlusal dentin of third molars using the following adhesives: Xeno IV (XE, Dentsply), G-Bond (GB, GC Inc), Clearfil S3 Bond (CS3, Kuraray); Adper Prompt L-Pop (AD, 3M ESPE); Go (GO, SDI), All Bond SE (ABSE 1-step or ABSE 2-step, Bisco) and Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray). The bonded sticks (cross-sectioned area of 0.8-0.9 mm<sup>2</sup>) originated from the same teeth were randomly divided to be tested after 24 hours or after 6 months of water storage. The data was submitted to two-way repeated measures ANOVA and Tukey's test with and without the inclusion of premature failures (PF) ( $\alpha = 0.05$ ). **Results:** The inclusion of PF resulted in different statistically significant means for CS3, CSE and AD ( $P < 0.05$ ). Only the ABSE2 showed stable bonds after 6 months of water storage ( $P > 0.05$ ). (*Am J Dent* 2011;24:239-244).

**CLINICAL SIGNIFICANCE:** All Bond SE systems showed stable bonds after 6-month water storage when used in the 2-step approach.

✉: Dr. Alessandra Reis, University Estadual de Ponta Grossa, Mestrado em Odontologia, Av. Carlos Cavalcanti, 4748, Bloco M, Sala 64A, – Ponta Grossa, Paraná 84010-900, Brazil. E-mail: reis\_ale@hotmail.com



## **Artigo 1**

### **The effect of 6-month water storage on the bond strength of self-etch adhesives bonded to dentin**

**CHRISTIANA ZANDER-GRANDE**, DDS, MS

**ALESSANDRO DOURADO LOGUERCIO**, DDS, MS, PHD

**RODRIGO STANISLAWCZUK**, DDS, MS

**GISLAINE CRISTINE MARTINS**, DDS, MS

**OSNARAMARIA MONGRUEL GOMES**, DDS, MS, PHD

**ALESSANDRA REIS**, DDS, PHD

#### **ABSTRACT**

**Purpose:** To evaluate the microtensile bond strengths ( $\mu$ TBS) of 1-step vs. 2-step self-etch systems to dentin after 24 hours and after 6 months of water storage. **Methods:** Resin composite buildups were bonded to occlusal dentin of third molars using the following adhesives: Xeno IV (XE, Dentsply), G-Bond (GB, GC Inc), Clearfil S3 Bond (CS3, Kuraray); Adper Prompt L-Pop (AD, 3M ESPE); Go (GO, SDI), All Bond SE (ABSE 1-step or ABSE 2-step, Bisco) and Clearfil SE Bond (CSE, Kuraray). The bonded sticks (cross-sectioned area of 0.8-0.9 mm<sup>2</sup>) originated from the same teeth were randomly divided to be tested after 24 hours or after 6 months of water storage. The data was submitted to two-way repeated measures ANOVA and Tukey's test with and without the inclusion of premature failures (PF) ( $\alpha = 0.05$ ). **Results:** The inclusion of PF resulted in different statistically significant means for CS3, CSE and AD ( $P < 0.05$ ). Only the ABSE2 showed stable bonds after 6 months of water storage ( $P > 0.05$ ). (*Am J Dent* 2011;24:239-244).

**CLINICAL SIGNIFICANCE:** All Bond SE systems showed stable bonds after 6-month water storage when used in the 2-step approach.

Dr. Alessandra Reis, University Estadual de Ponta Grossa, Mestrado em Odontologia, Av. Carlos Cavalcanti, 4748, Bloco M, Sala 64A, – Ponta Grossa, Parana 84010-900, Brazil. E-mail: reis\_ale@hotmail.

## **Introduction**



Current adhesive studies focus on the simplification of application procedures to achieve the goal of micromechanical retention between resin and dentin.<sup>1-4</sup> The conventional total-etch (also known as etch-and-rinse) systems require a conditioning, a rinsing and a priming step in order to allow for encapsulation of collagen fibers by the resin monomers and the formation of the hybrid layer.<sup>2-5</sup> They are currently available as 3-step or 2-step systems, depending on how the two cardinal steps of priming and bonding to tooth substrates are accomplished or simplified.<sup>3</sup> The etch-and-rinse bonding approach is reported as technique sensitive and the inadequate management of surface moisture based on adhesive solvents, application technique, and insufficient penetration of monomers has been reported as common limitations of these materials.<sup>6-10</sup>

Another current mechanism of adhesion is based on dissolving the smear layer rather than removing it. They are the so-called self-etch adhesives. They retain the partially demineralized smear layer, and the dentin tubules remain closed with smear plugs.<sup>11,12</sup> Firstly, self-etch adhesives were introduced as a 2-step bonding procedure. An acidic primer is applied, followed by the application of a relatively hydrophobic bonding resin on top of the primed surface.<sup>13-15</sup> Following that, 1-step self-etch adhesives have been introduced. Their adhesion involves a single-step application as the etching, priming, and bonding actions are implemented by the same solution.<sup>16,17</sup>

Reducing the steps of the adhesive procedure may possibly save chair-time, limits the chance for operator errors in the bonding procedure and leads to a lower technique sensitivity.<sup>3,4,18</sup> Theoretically when these adhesives are used, less discrepancy between the depth of demineralization and depth of resin infiltration is expected;<sup>19-22</sup> therefore less post-operative sensitivity occurs.<sup>23-26</sup> Although these systems are attractive to clinicians, concerns surrounding the self-etching adhesives include their inability to properly etch uncut enamel<sup>27-29</sup> or penetrate through a thick smear layer due to neutralization of the primer by the mineral components of the smear layer.<sup>30,31</sup> In addition, 1-step self-etch systems are more hydrophilic due to a higher concentration of acidic monomers.<sup>32</sup> Previous studies<sup>15,33,34</sup> have shown that adhesive systems containing higher amounts of acidic groups are susceptible to increased water sorption, which may jeopardize their long-term durability. Several

studies<sup>10,15,16,35,36</sup> have reported that the Achilles' heel of the new adhesive formulations is that they do not produce stable bonds over time. Although this is not a new issue under investigation, comparison of recently released materials by independent researchers is essential to guide clinicians in their materials selection in order to obtain long-lasting restorations. There is evidence that more than half of the restorations placed annually in the USA were replacements of failed restorations, which accounted for nearly 70% of all restorative dentistry.<sup>37</sup> The most common reason for composite restoration replacement is secondary caries,<sup>38</sup> partially attributed to lack of adequate bonding to tooth structures. As new materials are often being released in the market, their evaluation in terms of immediate and long-term performance is of vital clinical interest.

Therefore, this study evaluated the resin-dentin microtensile bond strength of six 1-step self-etch adhesives and two 2-step self-etch adhesives after 24 hours and 6 months of water storage. The null hypothesis tested was that the bonding ability of the newest 1-step self-etch systems was not different from that provided by 2-step self-etch adhesives either in the 24-hour or 6-month periods.

## **Material and Methods**

Twenty-four extracted human third molars stored in 0.5% thymol for up to 1 year were used in this study, which was approved by the Institutional Review Board of the local Dental School (protocol # 052/2007). A total of three teeth were employed in each experimental condition.<sup>39</sup>

Middle dentin was exposed by sectioning the crowns in a precision slow-speed diamond saw under water cooling. Dentin was polished with wet 600-grit SiC abrasive paper<sup>a</sup> for 60 seconds to create a standardized smear layer. General characteristics of the materials used are described in Table 1. All Bond SE<sup>b</sup> represents a new category of self-etch adhesives that offers the possibility of using it as a 1-step or 2-step adhesive. Both application modes were investigated in this study. All adhesives were applied under controlled environment (24°C/75% relative humidity), by a single operator, 40 using the bonding protocols summarized in Table 1 (manufacturer's instructions). The light curing step was performed with a VIP<sup>b</sup> light curing unit (500 mW/cm<sup>2</sup>).

Resin composite buildups (Charisma<sup>c</sup>) were incrementally constructed in three 1 mm-thick increments; each increment was light-cured for 40 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup> (VIP).

After storage in distilled water at 37°C for 24 hours, the specimens were sectioned perpendicular to the adhesive-tooth interface using a Labcut<sup>d</sup> diamond saw to obtain rectangular beams ( $\pm 0.9$  mm<sup>2</sup>). Beams were prepared with the resin composite forming the upper half of the beam and the underlying dentin forming the lower half. The number of premature failures (PF) per tooth during specimen preparation was recorded. The cross-sectional area of each stick was measured before testing with the digital caliper<sup>e</sup> to the nearest 0.01 mm and recorded for the calculation of the bond strength. The bonded sticks originated from the same teeth were randomly divided and assigned to be tested immediately or after 6 months of storage in distilled water containing 0.4% sodium azide<sup>35</sup> at 37°C. The storage solution was not changed<sup>36</sup> and its pH was monitored monthly.

At each storage time period, individual bonded sticks were glued with a cyanoacrylate adhesive (Super Bonder Gel<sup>f</sup>), in the Geraldelli's device.<sup>9,41</sup> Each stick was stressed to failure using a universal testing machine<sup>h</sup> at a crosshead speed of 0.5 mm/minute. Failure modes were evaluated at x40 under a light stereomicroscope (HMV-2<sup>i</sup>) and classified as cohesive (failure exclusively within substrate or resin composite) and adhesive/ mixed (failure at resin/substrate interface or mixed with partially cohesive failure of the neighboring substrates). Only beams with adhesive or mixed failure modes were considered for statistical purposes. Cohesive failures (in dentin or composite) were excluded from the analysis.

The experimental unit in this study was the tooth; this means that the value of a given group at each testing period is the average of three teeth. Two statistical analyses were performed. The first approach did not include the premature debonded specimens into the tooth mean, while the second opted to include them into the tooth mean.<sup>9</sup> The data from each approach were then subjected to a two-way repeated measures ANOVA and Tukey's test for pairwise comparisons ( $\alpha = 0.05$ ). The means obtained with and without the inclusion of premature debonded specimens from each adhesive and each time was compared using a Student *t*-test at a pre-set significance

level of 5%.

## Results

The mean cross-sectional area of the resin-dentin bonded sticks ranged from 0.78 to 0.95 mm<sup>2</sup>. No significant differences were found among the treatment groups ( $P > 0.05$ ). The mean number of sticks obtained per tooth was around 30 (ranging from 24 to 36). No significant change in the pH of the storage solutions was detected throughout the study period ( $P > 0.05$ ).

The distribution (%) of fracture patterns and premature failures (PF) for each experimental condition are shown in Table 2. The adhesive Xeno IV<sup>j</sup> presented the highest percentage of specimens with premature failures at 24-hour (42.8%) and 6-month (21.3%) periods. The range of premature failures varied between 2.0 to 25.5% in the 24-hour period and between 4.2 to 13.5% in the 6-month period for the other materials.

The overall means and standard deviations (MPa) of the bond strength values with and without the inclusion of the premature failures are shown in Table 3. The inclusion of premature failures in the tooth mean led to a reduction of the resin-dentin bond strengths for all materials; however in a few cases the bond strength with and without the inclusion of premature failures were statistically different. Statistically different means were observed for the adhesives Clearfil S3 Bond<sup>k</sup> and Go<sup>l</sup> at 24-hour and for Clearfil SE Bond<sup>k</sup> values at 6-month period ( $P < 0.05$ ).

Regardless of the statistical approach used (with and without the inclusion of premature failures) the 24-hour resin-dentin bond strength of the two 2-step self-etch systems was statistically higher than the other 1-step systems ( $P < 0.05$ ), except the All-Bond SE<sup>b</sup> 1-step, which was statistically similar to the 2-step adhesives ( $P > 0.05$ ). Xeno IV and G-Bond<sup>m</sup> showed the lowest resin-dentin bond strength values ( $P < 0.05$ ). After water storage, significant reductions of the bond strength values were observed for most adhesives ( $P < 0.05$ ), except the ones with the lowest 24-hour resin-dentin bond strengths (Xeno IV, G-Bond and Go) and the 2-step All Bond SE, which seemed to be resistant to water degradation for 6 months ( $P > 0.05$ ).

## Discussion

When the  $\mu$ TBS test is used, the sticks originated from the same tooth received the same treatment and therefore they cannot be considered as experimental units.<sup>9,42,43</sup> Unfortunately, much of the literature has neglected this issue and also the amount of PF recorded by  $\mu$ TBS testing.<sup>44,45</sup> The correct handling of samples that failed before they could be tested is still up for debate. However, it is generally accepted that PF cannot just be omitted as this will cause a bias to higher  $\mu$ TBS.

This is the reason why the  $\mu$ TBS was calculated in two different approaches. According to Van Meerbeek *et al*,<sup>46</sup> researchers may (a) exclude all PF from the analysis, or (b) assign a bond-strength value of 0 MPa or a pre-determined value to each premature debonded specimen, as for example the mean between lowest  $\mu$ TBS measured and zero.<sup>9-10,47</sup> When a high number of PF are obtained and ignored, as in the protocol (a), the material performance may be misleading. Conversely, if the adhesive presents several PF, the use of method (b) might result in a data distribution that is inevitably skewed, which prevents the researchers from running parametric statistics.<sup>46</sup>

In fact, the  $\mu$ TBS and the ensuing statistical analysis of this study varied depending upon the processing of the PF. Differences in the statistical approaches are usually evident when the adhesive under evaluation has a high incidence of PF and the specimens that survived preparation depicts high bond strength values. In this study this was the case of Clearfil S3 Bond.

When a high percentage of PF are associated with low bond strength values, their inclusion into tooth mean seems to not produce statistical differences as observed for Xeno IV, G-Bond and Go. Therefore, studies should evaluate their set of data in order to determine the best statistical approach to be used.

Changes in the technical application of adhesives should not be proposed to simplify the use of the material, but also to allow increased long-term performance. This investigation reported that some 1-step self-etch systems (Xeno IV, G-Bond and Go) showed low 24-hour and 6-month resin-dentin bond strengths, which led us to reject the null hypothesis of the study.

These systems contain acetone as the main solvent, differently from Adper Prompt L-Pop<sup>n</sup> and All Bond SE 1-step that contain ethanol. Acetone is known to form an azeotropic mixture with water and thus accelerates the

surface dehydration by means of air syringe drying. This fast dehydration might induce phase separation and precipitation of adhesive components,<sup>18,32</sup> accounting for their low 24-hour performance. The azeotrope of ethanol/water helps the evaporation of water from the tooth surface and is critical in preventing the phase separation generated by excess water residue.<sup>48</sup> Besides that, 1-step self-etch systems contain higher concentration of acid derivatives, methacrylated phosphoric acid esters, water, and organic solvents than conventional bonding agents as they need to simultaneously etch and infiltrate the dentin surface. This makes these adhesives more hydrophilic, with increased water sorption and solubility.<sup>34,49,50</sup> As a consequence, adhesive interfaces behave as permeable membranes,<sup>51</sup> allowing movement of water within the bonded interface. In a vicious cycle, plasticization of the resin matrix and removal of residual monomers account for the reductions of bond strength values over time.

These reductions were detected for Clearfil S3 Bond and Adper Prompt L-Pop. Although Xeno IV, G-Bond and Go showed similar 24-hour and 6-month means, the values were much lower than the former after 6 months. All Bond SE 1-step was the only 1-step self-etch system that showed higher bond strength values in the 24-hour period. Contrasting with current self-etch adhesives, All-Bond SE contains two acidic monomers, *i.e.* BPDM and Bis-GMA phosphate. The cooperation effect of these two functional monomers is believed to play an important role in achieving superior bond strength. Besides that, All Bond SE 1-step included a dual-curing initiator system containing the combination of sodium benzene sulfinate with CQ/amine. This prevents the retarded polymerization, inevitably caused by acidbase reaction of acidic monomers with amines used in self-etch systems.<sup>52</sup>

Clearfil SE Bond and All Bond SE systems are 2-step selfetch systems. Clearfil SE Bond, for instance, has been extensively used for comparison purposes in laboratory evaluations of self-etch adhesives, due to its exceptional performance both in the laboratory<sup>53-55</sup> and clinically.<sup>46</sup> The primer of Clearfil SE Bond contains 10-MDP, as functional monomer that also allows chemical interaction with the calcium ions of dentin.<sup>56,57</sup>

Two-step self-etch systems are believed to be more stable than 1-step systems due to the application of a relatively hydrophobic bonding resin on the

top of the primed dentin. It was already shown that the placement of a hydrophobic coat reduces the permeability of the adhesive layer and improves the long-term bond strength<sup>58</sup> and the retention rates of 1-step systems in Class V cavities.<sup>59</sup> In fact, this was partially confirmed in the present investigation, as only the 2-step All Bond SE showed stable bonds after 6-month water storage. All Bond SE system is a new two-component self-etch material, capable of being used either in a 1- or 2-step procedure. One-component self-etch systems are chemically unstable as HEMA, water, ethanol and acidic monomers are combined into a single bottle, which may jeopardize their bond efficiency.<sup>18</sup> As All Bond SE is a two-component system, one may hypothesize that this might have played an important role on their bond strength stability.

Two-step self-etch adhesives systems still present better longevity when compared with the 1-step self-etch systems.<sup>4</sup> The composition of All-Bond SE adhesive system contributed to its better performance over the other materials.

- a. Buehler, Lake Bluff, IL, USA.
- b. Bisco Inc, Schaumburg, IL, USA.
- c. Heraeus Kulzer, Hanau, Germany.
- d. Extec, Enfield, CT, USA.
- e. Mitutoyo, Tokyo, Japan.
- f. Loctite, Sao Paulo, SP, Brazil.
- g. Odeme Biotechnology, Joacaba, SC, Brazil.
- h. Emic, Sao Jose dos Pinhais, PR, Brazil.
- i. Shimadzu, Tokyo, Japan.
- j. Dentsply, York, PA, USA.
- k. GC Corp., Tokyo, Japan.
- l. Kuraray Medical Inc, Tokyo, Japan.
- m. 3M ESPE, St. Paul, MN, USA.
- n. SDI Limited, Bayswater, Victoria, Australia.

**Table 1. Adhesive systems and application mode.**

Adhesive systems	Composition (*)	Application mode
Xeno IV <sup>h</sup>	UDMA, PENTA, acetone, polymerizable trimethacrylate resin, 2 polymerizable DMA resins and photoinitiator	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Apply generous amounts of adhesive. Actively scrub for 15 seconds;</li> <li>2. Application of a second coat of adhesive, as above;</li> <li>3. Removal of excess solvent by gently drying with a air-stream for at least 5 seconds at 10-15 cm away from the surface, gradually bringing it to within 10 mm of distance;</li> <li>4. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</li> </ol>
GBond <sup>b</sup>	4-MET, UDMA, phosphate monomer, DMA component, fumed silica filler, acetone, water and photoinitiator	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Application of one coat of adhesive, scrubbing for 5 seconds;</li> <li>2. The adhesive was left undisturbed for 5-10 seconds;</li> <li>3. Air drying under maximum pressure for 5 seconds;</li> <li>4. Light-curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</li> </ol>
Clearfil S3 Bond <sup>j</sup>	MDP, HEMA, Bis-GMA, hydrophobic methacrylates, water, ethyl-alcohol, di-camphorquinone and silanated colloidal silica	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Application of one coat of the adhesive, scrubbing it for 20 seconds;</li> <li>2. Air drying with high-pressure air flow for 10 seconds;</li> <li>3. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup></li> </ol>
Adper Prompt <sup>k</sup>	<i>Liquid A</i> – water, phosphate monomer, HEMA, camphoroquinone and hydrophilic dimethacrylate; <i>Liquid B</i> – water, HEMA, polyalkenoic acid, stabilizers	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Mixture of one drop of Part A and Part B;</li> <li>2. Application of one coat of the adhesive under pressure for 15 seconds;</li> <li>3. Application of a gentle air stream (10 seconds at 20 cm);</li> <li>4. Light-activation for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</li> </ol>
Go <sup>l</sup>	Phosphate ester monomer, dimethacrylate monomer, methacrylate monomer, water, acetone, sodium fluoride, silica, photoinitiators and stabilizers	<ol style="list-style-type: none"> <li>1. Application of one coat of adhesive in a wet surface.</li> <li>2. The adhesive was left undisturbed for 20 seconds;</li> <li>3. Application of a gentle air stream for 5 seconds;</li> <li>4. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</li> </ol>
All Bond SE <sup>b</sup>	Part I – Ethanol, sodium benzene sulfinate dehydrate; II – Bis(glyceryl 1,3 dimethacrylate) phosphate, hydroxyethyl methacrylate, biphenyl dimetacrylate	<i>As a 1-step:</i> <ol style="list-style-type: none"> <li>1. Equal amounts of part I and part II were mixed into a mixing well until uniformly pink;</li> <li>2. Application of one coat under finger pressure for 15 – 20 seconds;</li> <li>3. Strong air-drying for 15 seconds at 10 cm;</li> </ol>



All Bond SE liner	Bisphenol A diglycidylmethacrylate, urethane dimethacrylate, hydroxyethyl methacrylate, glass frit	<p>4. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>;</p> <p>5. Application of a second coat of the adhesive under pressure, as above in case the surface is not shiny;</p> <p>6. Strong air-drying for 15 seconds at 10 cm;</p> <p>7. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</p> <p><i>As a 2-step:</i></p> <p>8. After the above steps, a thin layer of All Bond SE liner was applied;</p> <p>9. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</p>
Clearfil Se Bond <sup>†</sup>	<p><i>Primer</i> – water, MDP, HEMA, camphoroquinone, hydrophilic dimethacrylate;</p> <p><i>Adhesive</i> – MDP, Bis-GMA, HEMA, camphoroquinone, hydrophobic dimethacrylate, N,N-diethanol p-toluidine bond, colloidal silica.</p>	<p>1. Application of one coat of the primer under pressure for 20 seconds;</p> <p>2. Application of an air stream (10 seconds at 20 cm);</p> <p>3. Application of one coat of the adhesive;</p> <p>4. Light curing for 10 seconds at 500 mW/cm<sup>2</sup>.</p>

\* UDMA: urethane dimethacrylate or 1,6-di(methacryloyloxyethylcarbamoyl)-3,3,5-trimethylhexaan; PENTA: dipentaerythritol pentaacrylate monophosphate; DMA: dimethacrylate; 4-MET: 4-methacryloyloxyethyl trimellitic acid; MDP: methacryloyloxydecyl dihydrogenphosphate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate; BisGMA: bisphenol A diglycidyl methacrylate.

**Table 2 – Total number and percentage of specimens (%) according to the fracture pattern (\*) and percentage of premature debonded specimens (PDS) for each experimental condition**

Adhesive systems	Immediate				6-month			
	A/M	R	S	PD	A/M	R	S	PD
Xeno IV [42/47]	23 (54.8)	1 (2.4)	0 (0.0)	18 (42.8)	35 (74.4)	0 (0.0)	2 (4.3)	10 (21.3)
G Bond [47/38]	43 (91.4)	2 (4.3)	0 (0.0)	2 (4.3)	36 (92.1)	0 (0.0)	0 (0.0)	3 (7.9)
Clearfil S <sup>3</sup> Bond [43/49]	30 (69.8)	2 (4.7)	0 (0.0)	11 (25.5)	45 (91.8)	0 (0.0)	0 (0.0)	4 (8.2)
Adper Prompt L Pop [38/48]	35 (92.2)	2 (5.2)	0 (0.0)	1 (2.6)	43 (89.5)	0 (0.0)	3 (6.3)	2 (4.2)
Go [39/37]	33 (84.6)	0 (0.0)	0 (0.0)	6 (15.4)	33 (89.6)	2 (5.4)	0 (0.0)	2 (5.4)
1-step All Bond SE [46/52]	43 (93.5)	2 (4.4)	0 (0.0)	1 (2.2)	45 (86.5)	4 (7.7)	0 (0.0)	3 (5.8)
2-step All Bond SE [51/45]	47 (92.1)	3 (5.9)	0 (0.0)	1 (2.0)	43 (95.6)	0 (0.0)	0 (0.0)	2 (4.4)
Clearfil SE Bond [49/52]	44 (89.8)	4 (8.2)	0 (0.0)	1 (2.0)	43 (82.7)	2 (3.8)	0 (0.0)	7 (13.5)

(\*) A/M – adhesive mixed failure; CR – cohesive failure in resin; CD – cohesive failure in dentin; PF – premature failures.

**Table 3. Means, standard deviations (MPa) and statistical significance (\*) of dentin bond strength values for each experimental condition when the premature failures (PF) were included or not in the tooth mean.**

Adhesive systems	Immediate			6-month		
	With PF	Without PF (**)		With PF	Without PF (**)	
Xeno IV	7.7 ± 5.8 E	10.2 ± 6.1 e	=	7.1 ± 5.4 E	9.2 ± 5.1 e	=
G Bond	11.3 ± 5.2 D,E	13.1 ± 4.2 d,e	=	10.8 ± 7.0 E	11.4 ± 6.7 d,e	=
Clearfil S <sup>3</sup> Bond	32.3 ± 13.2 B	38.6 ± 9.3 a	≠	23.9 ± 11.8 C	25.5 ± 10.2 b,c	=
Adper Prompt	35.1 ± 10.2 B	37.1 ± 9.1 a,b	=	16.5 ± 10.7 D	18.0 ± 9.9 c,d	=
Go	21.1 ± 10.1 C,D	27.2 ± 11.1 c,d	≠	15.5 ± 8.9 D	17.9 ± 6.9 c,d	=
1-step All Bond SE	44.7 ± 12.1 A	45.9 ± 14.2 a	=	31.1 ± 10.5 B	32.9 ± 7.5 b	=
2-step All Bond SE	43.2 ± 14.2 A	44.1 ± 14.8 a	=	38.6 ± 15.6 A	40.4 ± 13.5 a	=
Clearfil SE Bond	39.3 ± 5.3 A	40.2 ± 5.1 a	=	25.4 ± 7.8 B,C	30.9 ± 8.2 b,c	≠

(\*) Data can only be compared within the same statistical analysis approach (with or without Premature Debonded Specimens-PDS). Similar means are indicated with the same upper (with PDS) or lower (without PDS) case letters. (\*\*) Comparison of the means of each adhesive at each storage period between with or without PDS was performed by Student t-Test. The symbol “=” indicate statistically similar means and the symbol “\_” indicate statistically different means.

## References

1. Nakabayashi N, Saimi Y. Bonding to intact dentin. *J Dent Res* 1996;75:1706-1715.
2. Nakabayashi N, Pashley DH. *Hybridization of dental hard tissues*. Quintessence books 1998; 54–56.
3. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28:215-235.
4. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005;21:864-881.
5. Kanca J 3rd. Resin bonding to wet substrate, 1. Bonding to dentin. *Quintessence Int* 1992;23:39-41.
6. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. *J Dent* 1998; 26:147-156.
7. Manso AP, Marquezini L Jr, Silva SM, Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM. Stability of wet versus dry bonding with different solvent-based adhesives. *Dent Mater* 2008; 24: 476-482.
8. Pashley DH, Agee KA, Carvalho RM, Lee KW, Tay FR, Callison TE. Effects of water and water-free polar solvents on the tensile properties of demineralized dentin. *Dent Mater* 2003;19:347-352.
9. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, Carvalho RM, Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for different solvent based. *J Adhes Dent* 2003;5:183-192.
10. Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: Effects of moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 2004;20:669-676.
11. Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Davidson CL. Effect of two etching times on the sealing ability of Clearfil Liner Bond 2 in Class V restorations. *Am J Dent* 1997;10:66-70.
12. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res* 1994;73:1212-1220.
13. Inoue S, Van Meerbeek B, Vargas M, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion mechanism of self-etching adhesives. In: Tagami J. *Advanced adhesive dentistry*. Cirimido, Italy 2000;131–148.
14. Haller B. Recent developments in dentin bonding. *Am J Dent* 2000; 13: 44-50.
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. *Dent Mater* 2008; 24: 90-101.
16. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. *J Dent Res* 2005;84:118-132.
17. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 2007;28:3757-3785.
18. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel dentin adhesives: A systematic review. *Dent Mater* 2005;21:895-910.
19. Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials* 2005;26:1035-1042.
20. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17:296-308.
21. Tay FR, Sano H, Carvalho R, Pashley EL, Pashley DH. An ultrastructural study of the influence of acidity of self-etching primers and smear layer thickness on bonding to intact dentin. *J Adhes Dent* 2000;2:83-98.
22. Van Meerbeek B, Van Landuyt K, De Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P, Yoshida Y, Inoue S, Suzuki K. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater J* 2005; 24: 1-13.
23. Abdalla AI, Garcia-Godoy F. Clinical performance of a self-etch adhesive in Class V restorations made with and without acid etching. *J Dent* 2007;35:558-563.
24. Brunton PA, Cowan AJ, Wilson MA, Wilson NH. A three-year evaluation of restorations placed with a smear-layer-mediated dentin bonding agent in non-cariou cervical lesions. *J Adhes Dent* 1999;1:333-341.
25. Christensen GJ. Preventing postoperative tooth sensitivity in class I, II and V restorations. *J Am Dent Assoc* 2002;133:229-331.
26. Turkun LS. The clinical performance of one- and two-step self-etching adhesive systems at one year. *J Am Dent Assoc* 2005;136:656-664.
27. Perdigao J, Geraldini S. Bonding characteristics of self-etching adhesive systems at one year. *J Am Dent Assoc* 2005;136:656-664.
28. Ermis RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding to ground versus unground enamel in fluorosed teeth. *Dent Mater* 2007;23:1250-1255.
29. Reis A, Moura K, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Andrade AM, Loguercio AD. Durability of enamel bonding using one-step self-etch systems on ground and unground enamel. *Oper Dent* 2009;34:181-191.
30. Hume WR. Influence of dentine on the pulp ward release of eugenol or acids from restorative materials. *J Oral Rehabil* 1994;21:469-473.
31. Tay FR, Hashimoto M, Pashley DH, Peters MC, Lai SC, Yiu CK, Cheong C. Aging affects two modes of nanoleakage expression in bonded dentin. *J Dent Res* 2003;82:537-541.

32. Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, Inoue S, Peumans M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005;84:183-188.
33. Hosaka K, Nakajima M, Takahashi M, Itoh S, Ikeda M, Tagami J, Pashley DH. Relationship between mechanical properties of one-step self-etch adhesives and water sorption. *Dent Mater* 2010;26:360-367.
34. Ito S, Hoshino T, Tsukamoto N, Pashley DH, Saito T. Water sorption/ solubility of self-etching dentin bonding agents. *Dent Mater* 2010; 26:617-626.
35. Burrow MF, Satoh M, Tagami J. Dentin bonding durability after three years using a dentin bonding agent with and without priming. *Dent Mater* 1996;12:302-307.
36. Kitasako Y, Burrow MF, Nikaido T, Tagami J. The influence of storage on dentin bond durability of resin cement. *Dent Mater* 2000;16:1-6.
37. Murray PE, Windsor LJ, Smyth TW, Hafez AA, Cix CF. Analysis of pulpal reactions to restorative procedures, materials, pulp capping, and future therapies. *Crit Rev Oral Biol Med* 2002;13:509-520.
38. Asghar S, Ali A, Rashid S, Hussain T. Replacement of resin-based composite restorations in permanent teeth. *J Coll Physicians Surg Pak* 2010;20:639-643.
39. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, Fernandes CA, Tay FR. The microtensile bond test: A review. *J Adhes Dent* 1999;1:299-309.
40. Soderholm KJ, Soares F, Argumosa M, Loveland C, Bimstein E, Guelmann M. Shear bond strength of one etch-and-rinse and five selfetching dental adhesives when used by six operators. *Acta Odontol Scand* 2008;66:243-249.
41. Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. *In vivo* influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *J Esthet Restor Dent* 2002;14:31-38.
42. Loguercio AD, Barroso LP, Grande RHM, Reis A. Comparison of intra and inter- tooth resin-dentin bond strength variability. *J Adhes Dent* 2005;7:151-158.
43. Eckert GJ, Platt JA. A statistical evaluation of microtensile bond strength methodology for dental adhesives. *Dent Mater* 2007;23:385-391.
44. Roulet J-F, Van Meerbeek B. Editorial: Statistics: A nuisance, a tool, or a must? *J Adhes Dent* 2007; 9: 287–288.
45. Platt JA. Decades of bond strength. *Oper Dent* 2010;35:137-138.
46. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater* 2010;26:e100-121.
47. Mine A, De Munck J, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T, Yoshida Y, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Bonding effectiveness of two contemporary self-etch adhesives to enamel and dentin. *J Dent* 2009;37:872-883.
48. Spencer P, Wang Y. Adhesive phase separation at the dentin interfaces under wet bonding conditions. *J Biomed Mater Res* 2002;62:447-456.
49. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MR. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006;22:973-980.
50. Malacarne-Zanon J, Pashley DH, Agee KA, Foulger S, Alves MC, Breschi L, Cadenaro M, Garcia FP, Carrilho MR. Effects of ethanol addition on the water sorption/solubility and percent conversion of comonomers in model dental adhesives. *Dent Mater* 2009;25:1275-1284.
51. Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R, Miller M. Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent* 2004; 17:271-278.
52. Imai Y, Kadoma Y, Kojima K, Akimoto T, Ikakura K, Ohta T. Importance of polymerization initiator systems and interfacial initiation polymerization in adhesive bonding of resin to dentin. *J Dent Res* 1991;70:1088-1091.
53. Kaaden C, Powers JM, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of selfetching adhesives to dental hard tissues. *Clin Oral Invest* 2002;6:155-160.
54. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003;16:414-420.
55. Abo T, Uno S, Sano H. Comparison of bonding efficacy of an all-in-one adhesive with a self-etching primer system. *Eur J Oral Sci* 2004;112:286-292.
56. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-458.
57. Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J American Journal of Dentistry*, Vol. 24, No. 4, August, 2011 *Dent Res* 2006;85:941-944.
58. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, Klein-Junior CA, Baumhardt-Neto R, Loguercio AD. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent* 2008;36:309-315.
59. Reis A, Loguercio AD. A 36-month clinical evaluation of ethanol/water and acetone-based etch-and-rinse adhesives in non-cariious cervical lesions. *Oper Dent* 2009;34:384-391.

## Artigo 2

### Artigo Publicado:

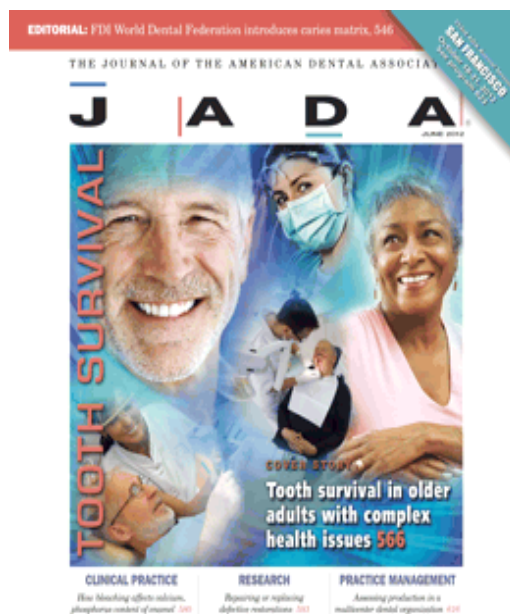
Zander-Grande C, Ferreira SQ, Costa TRF, Loguercio AD, Reis A. Application of etch-and-rinse adhesives on dry and rewet dentin under rubbing action: a 24-month clinical evaluation. J Am Dent Assoc. 2011; 142:828-835.

RESEARCH

# Application of etch-and-rinse adhesives on dry and rewet dentin under rubbing action

A 24-month clinical evaluation

**Christiana Zander-Grande, DDS, MS; Sabrina Queji Ferreira, DDS; Thays Regina Ferreira da Costa, DDS; Alessandro Dourado Loguercio, DDS, MS, PhD; Alessandra Reis, DDS, PhD**



## Artigo 2

# Application of etch-and-rinse adhesives on dry and rewet dentin under rubbing action: A 24-month clinical evaluation

CHRISTIANA ZANDER-GRANDE, DDS, MS

THAYS REGINA FERREIRA DA COSTA, DDS

SABRINA QUEJI FERREIRA, DDS,

ALESSANDRO DOURADO LOGUERCIO, DDS, MS, PHD

ALESSANDRA REIS, DDS, PHD

### ABSTRACT

**Background:** Researchers conducting laboratory investigations have reported that bonding to dry demineralized dentin can be feasible technically as long as the adhesives are rubbed vigorously onto the dentin surface. The authors aimed to evaluate the 24-month clinical performance of resin-based composites in noncarious cervical lesions (NCCLs) in teeth restored with two etch-and-rinse adhesives that had been applied with a vigorous rubbing action to both dry and rewet dentin. **Methods.** The authors enrolled 40 patients in this study. They inserted 160 restorations and evaluated them at baseline and at six, 12 and 24 months of service. They divided the restorations into four groups: One-Step (OS) Universal Dental Adhesive System (Bisco, Schaumburg, Ill.) (acetone-based adhesive) with rewet dentin; OS with dry dentin; Adper Single Bond (SB) Plus Adhesive (3M ESPE, St. Paul, Minn.) (ethanol/water-based adhesive) with rewet dentin; and SB with dry dentin. The authors used the same resin-based composite for all restorations. They evaluated the restorations according to modified U.S. Public Health Service criteria. **Results.** The 24-month retention rates for the rewet and dry conditions, respectively, were 95.0 percent and 97.5 percent for SB and 97.5 percent and 91.9 percent for OS. The authors detected no significant difference between rewet and dry groups for either adhesive ( $P > .05$ ). In terms of marginal discoloration, OS performed significantly worse than did SB, irrespective of dentin moisture ( $P > .05$ ). **Conclusions and Clinical Implications.** Dentin moisture seems not to be important for the retention of etch-and-rinse adhesives as long as the adhesives have been rubbed vigorously onto the dentin surface. The ethanol/water-based adhesive showed a better overall performance than did the acetone-based system.

**Key Words.** Dentin; etch-and-rinse adhesives; clinical trial.

## Introduction

According to findings of laboratory testing, many dental adhesives on the market demonstrate high levels of bond strength to dentin and enamel. This represents significant progress in adhesive technology, because bonding to dentin is much more difficult than is bonding to enamel. As dentin bond strengths have improved, the focus of research and development has shifted to other aspects of adhesion, such as simplification of the application procedure, reduction of postoperative sensitivity and, primarily, improvements in bond durability.<sup>1,2</sup>

A widely used dentin bond system is the two-step etch-and-rinse adhesive. This type of adhesive system requires smear layer removal and superficial demineralization of underlying dentin through the application of an acid conditioner.<sup>3</sup> After this step, the clinician should keep demineralized dentin moist to maintain interfibrillar porosity and allow an adequate resin monomer infiltration.<sup>4-6</sup>

However, the maintenance of the adequate degree of moisture for an etch-and-rinse adhesive still is a challenge,<sup>4</sup> as it depends on the adhesive's solvent composition.<sup>7-9</sup> Additional concerns such as the operator's skill and interpretation of the manufacturer's directions,<sup>10</sup> drying time,<sup>4,8</sup> the distance between the tooth and the air syringe<sup>4</sup> and environmental temperature<sup>11</sup> also can affect the degree of dentin moisture.

Having this in mind, it would be less demanding technically to bond etch-and-rinse adhesives to dry demineralized dentin, because the maintenance of demineralized dentin in a dry state is accomplished easily by clinicians and minimizes the negative effects of water on hybrid layer formation.<sup>12,13</sup> Earlier studies have demonstrated the low bond strength values of adhesive systems when bonded to dentin that is demineralized and dry because of collagen collapse<sup>6,10,14,15</sup>; however, investigators in laboratory research reported that this technique is feasible technically and allows the attainment of high bond strengths<sup>16</sup> mainly when the adhesives are rubbed vigorously onto the dentin surface.<sup>9,17</sup>

To our knowledge, this technique has been evaluated only in a laboratory setting. Although in vitro testing methodology tends to predict clinical performance,<sup>2</sup> clinical trials remain necessary for an ultimate evaluation of the



clinical efficacy of adhesives. Thus, we conducted a randomized controlled clinical trial to evaluate the 24-month clinical performance of resin-based composites in non-carious cervical lesions (NCCLs) in teeth restored with two etch-and-rinse adhesives applied to both dry and rewet demineralized dentin with vigorous rubbing action. The null hypothesis tested was that the bonding of vigorously applied adhesive to rewet and air-dried demineralized dentin can yield similar retention rates after 24 months of clinical service.

## **Material and Methods**

**Patient selection.** The Committee on Investigations Involving Human Subjects of the State University of Ponta Grossa, Paraná, Brazil, reviewed and approved the protocol and in -formed consent form for this study. Three dental students (C.Z.-G., S.Q.F. and T.R.F.C.), whose technique was calibrated, screened patients and performed pretreatment selection of teeth with cervical lesions that they identified by visual or tactile means. The investigators screened patients initially to determine if they met the study entry criteria (described later in this article). They enrolled qualified patients for the evaluation visit. They recruited qualified patients in the order in which they reported for the screening session, thus forming a convenience sample. The dental students performed the evaluations by using a mouth mirror, an explorer and a periodontal probe. They used air from the air-water syringe to administer the thermal sensitivity test. All 40 participants were healthy and had at least 20 teeth each. All participants received oral hygiene instructions before undergoing operative treatment. We excluded from the study patients who had extremely poor oral hygiene, severe or chronic periodontitis or heavy bruxism habits. We excluded lesions classified as 1 or 4 on the dentin sclerosis scale (Table 1), as well as lesions exhibiting hypersensitivity.<sup>18</sup>

Each participant had at least two pairs of similarly sized NCCLs without undercuts. All teeth had occlusal contact, and no more than 50 percent of the cavosurface margin involved enamel.<sup>19</sup> We informed all participants of the nature and objectives of the study; however, they were not aware of which lesion received the treatments under evaluation. We obtained written informed consent from all participants before starting treatment.

The research protocol involved the restoration of teeth with NCCLs, with the restorations divided into four groups:

- One-Step (OS) Universal Dental Adhesive System (Bisco, Schaumburg, Ill.) (acetone-based adhesive) with rewet dentin;
- OS with dry dentin;
- Adper Single Bond (SB) Plus Adhesive (3M ESPE, St. Paul, Minn.) (ethanol/water-based adhesive) with rewet dentin;
- SB with dry dentin.

Researchers have shown the retention rate of SB at 24 months to be 93.5 percent.<sup>20-22</sup> Using an  $\alpha$  of .05, a power of 80 percent and a one-sided test according to the method described by Pocock,<sup>23</sup> we found that the minimal sample size to detect a difference of <sup>24</sup> percent among the groups was 37 restorations in each group.

**Operative procedure and experimental design.** The same dental students who participated in the patient screening restored all teeth under the supervision of an experienced clinician (A.D.L.). To ensure that the students' technique was calibrated, the experienced clinician placed one restoration from each group in one patient while identifying all of the steps involved in the application technique. Then each dental student operator placed four restorations from each group under the experienced clinician's direct supervision. The clinician identified the restoration deficiencies for the students before the study began. Only after that assessment did we consider the operators' technique in performing the restorative procedures calibrated. The operators placed a maximum of four restorations, one from each group, in each patient. Before placing the rubber dam, the operators anesthetized the teeth (Citanest, Dentsply, Petrópolis, Rio de Janeiro, Brazil) and cleaned all lesions with pumice and water in a rubber cup (no. 8040RA and no. 8045RA, KG Sorensen, Barueri, São Paulo, Brazil), followed by rinsing and drying. They determined the proper shade of composite by using a shade selection guide (Filtek Z250 shade guide, 3M ESPE). Following guidelines established by the American Dental Association (ADA),<sup>24</sup> the operators did not prepare any additional retention or bevel.

The operators then acid etched all cavities with the respective etchants of the adhesives SB and OS. They etched the cavities for 15 seconds, then rinsed

them with water for 15 seconds. For all groups, they air dried cavities with an oil-free air stream for 15 seconds. They left one-half of the cavities dry and rewetted the other one-half with an appropriate amount of water according to the solvent composition of the adhesives selected (Table 2), thus making a total of four experimental groups. The operators applied the adhesive systems according to the manufacturers' instructions (Table 2). Afterward, they applied resin-based composite (Filtek Z250, 3M ESPE) in three increments and light cured each increment for 30 seconds (VIP Junior Dental Curing Light, Bisco) at 600 milliwatts per square centimeter. They finished the restorations with fine-grain diamond burs and polished them with disks (Sof-Lex Contouring and Polishing Discs, 3M ESPE) one week after placement.

**Clinical evaluation.** We used slightly modified U.S. Public Health Service criteria<sup>25</sup> to evaluate the restorations at baseline and after six, 12 and 24 months of clinical service. We evaluated the following variables: retention, marginal adaptation, marginal discoloration, secondary caries and postoperative sensitivity. We calculated the restoration retention rates according to the ADA<sup>24</sup> guidelines.

Experienced examiners who were not involved in the placement of the restorations (A.D.L., A.R.) performed the follow-up evaluations. For training purposes, they observed 10 photographs showing restorations with each score (Alfa, Bravo, Charlie) for each criterion, for a total of 30 photographs. They evaluated 10 to 15 teeth at the same time (these teeth were not included in the study sample) and on two occasions. We deemed an intra-examiner and inter-examiner agreement of at least 85 percent to be necessary before the evaluation began.<sup>25</sup> After cleaning the teeth, the evaluators performed the evaluations by using a mirror and a double probe. Neither the evaluators nor the participants knew which adhesive material had been used in the restorations, thereby creating a double-masked study. In addition, neither the evaluators nor the participants were aware of the experimental group to which each tooth had been assigned. Both examiners evaluated all the restorations once and independently. The study protocol required that when disagreement occurred during the evaluations, the examiners reach a consensus by means of discussion.

**Statistical analysis.** We used descriptive statistics to express the frequency distributions of the evaluated criteria. We conducted statistical analysis by using Friedman repeated measures analysis of variance by rank and by using the Wilcoxon signed rank test for significance at each pair ( $\alpha = .05$ ). We applied the Bonferroni correction for corrections of  $P$  value for the multiple comparisons performed. We used the  $\kappa$  statistic to test inter-examiner agreement.

## Results

Of 53 patients in the convenience sample, 13 were excluded from the study because they did not fulfill the inclusion criteria. Thus, our sample consisted of 40 participants (11 men and 29 women) whose mean age was 39 years. We placed 160 restorations, 40 for each group. We placed 89 restorations in maxillary teeth and 71 in mandibular teeth. We placed approximately 72.5 percent of the restorations in premolars and molars and 27.5 percent in anterior teeth. Table 3 shows the age and sex distribution of the research participants.

The overall  $\kappa$  statistic (0.88) showed excellent agreement between the examiners. We evaluated all research participants at the six-, 12- and 24-month recall visits.

No restorations exhibited secondary caries during the evaluation period (Table 3). Three restorations (one SB rewet, one OS rewet and one OS dry) exhibited postoperative sensitivity at baseline and after six and 12 months. After 24 months, five restorations (two SB rewet, one SB dry, one OS rewet and one OS dry) exhibited postoperative sensitivity ( $P > .05$ ) (Table 4).

We found no loss of retention after six months. After 12 months, only three restorations were lost. At the end of the 24 months, seven restorations were lost. The retention rates of SB were 95 percent and 97.5 percent in the rewet and dry conditions, respectively; those for OS were 97.5 percent and 91.9 percent, respectively. We detected no significant difference in the retention rates for each recall period among groups ( $P > .05$ ). A comparison of 12-month and 24-month findings versus baseline findings for all groups did not reveal any significant differences ( $P > .05$ ).

We found no lack of marginal adaptation at the six-month recall visit. At the 12-month recall visit, we scored seven restorations as Bravo in terms of marginal adaptation. At the 24-month recall visit, we scored seven restorations as Bravo in terms of marginal adaptation. We detected no significant difference among groups at the 12-month and 24-month recall appointments ( $P > .05$ ) or when we compared the 12-month and 24-month findings with the groups' respective baseline scores ( $P > .05$ ).

After six months, we scored only four restorations as Bravo in terms of marginal discoloration, and after 12 months we found marginal discoloration in 12 restorations. We detected no significant difference among groups at the six- and 12-month recall visits ( $P > .05$ ) or when we compared these findings with the groups' respective baseline scores ( $P > .05$ ). At the 24-month recall visit, we scored 29 restorations as Bravo in terms of marginal discoloration. We detected no significant difference between rewet and dry conditions for either adhesive ( $P > .05$ ). However, we observed a significant difference between SB and OS irrespective of dentin moisture ( $P = .002$ ). When we compared the scores of OS restorations at 24 months with their respective baseline scores or with their six- and 12-month results, we also observed statistically significant differences ( $P = .001$ ), the results being worse after 24 months. The marginal discoloration occurred primarily at the enamel margin.

## **Discussion**

**NCCLs and bonding.** NCCLs at the cervical area serve as clinical models for evaluation of the efficacy of dentin bonding agents in non-retentive tooth cavities, as recommended by the ADA.<sup>24</sup> This is because of the fact that cervical lesions do not have macro-mechanical undercuts, and they are widely available in research participants who have better-than-average oral hygiene. These lesions require at least 50 percent bonding to dentin, and they usually occur in anterior teeth and premolars that allow for good clinical access. Ineffective bonding commonly results in restoration loss, which is the most objective evaluation parameter used in clinical studies.<sup>1</sup>

**Wet and dry bonding.** For almost 20 years, the wet bonding technique has been recommended for dentin bonding.<sup>4,26</sup> The rationale is that as long as dentin is kept fully hydrated, the dentin matrix does not collapse and free space will be available for resin infiltration.<sup>15</sup> In our investigation, we air dried the

demineralized dentin surfaces and then rewet them to allow for better control of the moisture on the dentin surfaces. This procedure can cause complete re-expansion of the collagen fibrils,<sup>15</sup> as if no air-drying procedure had been conducted.

However, the wet bonding technique is not accomplished easily and becomes a challenge in clinical practice. Although researchers have demonstrated that the proper degree of moisture needed with such etch-and-rinse adhesives varies according to the adhesive's solvent composition,<sup>27,28</sup> an examination of manufacturers' directions indicates that there is no objective consensus regarding the ideal degree of moisture. Researchers conducting laboratory based investigations usually report that they apply adhesives according to manufacturer's directions; however, the approach to managing moisture varies widely among adhesive systems and investigators. The use of standard surface moisture may lead to a less-than-optimal bonding quality, depending on the type of adhesive used.<sup>28,29</sup>

Researchers already have established the proper ratio of water volume per surface area of dentin,<sup>28</sup> but from a clinical standpoint, it is practically impossible to determine precisely the ideal surface moisture in a clinical situation. Besides that, the presence of water in the hybrid layer may jeopardize the formation of a highly cross-linked polymer,<sup>12,13</sup> thus making the wet bonding technique difficult and unpredictable to accomplish.

Evidence from the literature shows that when demineralized dentin is air dried, the water in the collagen matrix is removed and the collagen fibrils are brought into close contact. The collagen fibrils form weak inter-peptide bonds that render the matrix shrunken, stiff<sup>3,15</sup> and almost impermeable to resin adhesives, thus reducing the infiltration rate of the bonding resin within the hybrid layer to approximately 50 percent when applied to dry instead of wet dentin.<sup>30,31</sup>

Investigators in previously published studies have reported that the adverse effect of over-drying could be reversed by vigorously rubbing the adhesive on the dentin substrate.<sup>9,17</sup> This means that bonding to rewet demineralized dentin might have the same effect as bonding to dry demineralized dentin, as long as the clinician rubs the adhesives vigorously onto the dentin surfaces. Previously published research has demonstrated that

the rubbing application method can allow the attainment of strong early and long-term resin-dentin bonding even to air-dried demineralized dentin.<sup>9,17</sup> The rubbing action can increase the moieties' kinetics and allow for better monomer diffusion inward while solvents are diffusing outward.<sup>7</sup> By rubbing the adhesive, the clinician can bring to the surface solvent/water molecules entrapped between monomers from the inner layers of the hybrid and adhesive layer; this likely would result in their breaking away from the neighboring molecules and, therefore, would increase the rate of evaporation. In addition, the mechanical pressure applied to the demineralized dentin surface during vigorous rubbing might compress the collapsed collagen network like a sponge. As the pressure is relieved, the compressed collagen expands and the adhesive solution may be drawn into the collapsed collagen mesh,<sup>7</sup> increasing the diffusion of the adhesive into the demineralized dentin, which is known to be limited under slight or inactive application.<sup>31-33</sup>

This may explain the high retention rates obtained under vigorous agitation irrespective of the dentin moisture for both adhesives and also may be one of the reasons why the retention rate of SB dry was slightly higher in our investigation (97.5 percent) than it was in the study by Perdigão and colleagues<sup>34</sup> (89 percent), as the latter did not report that the adhesives were rubbed vigorously onto the dental substrates. Our research group<sup>35</sup> demonstrated the benefits of vigorous rubbing action on the retention rates of acetone-based systems in another clinical trial of self-etching adhesive systems.

It is likely that the rubbing action increases the removal of residual water or solvents and consequently increases the mechanical properties of the resin inside the hybrid layer<sup>13,36,37</sup> and of the cured adhesive resin. Investigators have reported that the ultimate tensile strength of cured adhesives correlates positively with their corresponding resin-dentin bond strengths.<sup>38,39</sup> The reduction in the amount of solvent retained within the polymer network also may account for reduced water sorption, solubility and water diffusion coefficients.<sup>40</sup> Increased water sorption can reduce polymer's durability as well as the frictional forces between the polymer chains.<sup>41</sup>

Thus, one may assume that as long as the adhesive is rubbed vigorously onto the dentin substrates, the moisture degree of the dentin substrates will be



less significant under both in vitro conditions<sup>9,17</sup> and in vivo conditions,<sup>34</sup> as we found in our investigation. This means that the rewet bonding technique may not have any clinical advantage over dry bonding in NCCLs when vigorous rubbing is used.

**The effects of adhesives' solvent.** We detected significant differences between SB and OS regardless of dentin moisture in terms of marginal discoloration. When we compared the findings for rewet and dry OS restorations at 24 months with their respective baseline scores or with their respective six- and 12-month results, the restorations demonstrated significantly higher marginal discoloration. The decline in performance of OS after 24 months can be attributed to its higher hydrophilicity and higher solvent content. In fact, investigators in previous clinical studies have reported lower clinical performance rates of OS systems after short-term and long-term clinical function in the oral cavity,<sup>42-46</sup> findings that agree with those in our investigation. According to the results of a systematic review of clinical trials,<sup>1</sup> acetone-based adhesive systems did not meet the ADA guidelines<sup>24</sup> in most clinical trials.

Some authors have shown that OS contains a substantial amount of acetone (52-81 weight percent),<sup>47,48</sup> and this can affect the performance of the adhesive in several ways. First, acetone has a lower boiling temperature (56.5°C) and higher vapor pressure (200 millimeters of mercury) than do ethanol (78.3°C, 43.9 mm Hg) and water (100°C, 17.5 mm Hg).<sup>47</sup> After evaporation, the adhesive layer of the acetone-based system can be thinner than that formed by the ethanol/water-based material. The thinner the adhesive layer, the more susceptible it is to polymerization inhibition by oxygen, which could have been one of the reasons for the worse performance of this material in terms of marginal discoloration. Rueggeberg and Margeson<sup>49</sup> suggested 20 micrometers as the minimum adhesive thickness needed to prevent polymerization inhibition by oxygen.

Second, it is likely that the high amount of acetone in the OS system directly affects the mechanical properties<sup>37,39,50</sup> and the degree of conversion of the adhesive layer.<sup>37</sup> Studies need to be conducted to test the hypotheses we put forth in this article.

**Postoperative sensitivity.** Five restorations (3.1 percent) in our study exhibited postoperative sensitivity. Because we detected no significant



difference between groups, one may suppose that this sensitivity was not caused by the experimental treatments.

## Conclusion

Within the limitations of our study, we can conclude that the dentin moisture seems not to have had an important effect on the retention rates of etch-and-rinse adhesives as long as the clinician rubs the adhesives vigorously onto the dentin surfaces. The water/ethanol solvent-based adhesive performed better overall than did the acetone-based system.

**ABBREVIATION KEY.** **A:** Alfa. **ADA:** American Dental Association. **B:** Bravo. **Bis-GMA:** Bisphenol A-glycidyl methacrylate. **BPDM:** Biphenyl dimethacrylate. **C:** Charlie. **HEMA:** 2-Hydroxyethyl methacrylate. **NCCLs:** Noncarious cervical lesions. **OS:** One-Step. **SB:** Single Bond.

**Table 1 – Dentin sclerosis scale criteria**

<b>Dentin Sclerosis Scale*</b>	
<b>CATEGORY</b>	<b>CRITERIA</b>
1	No sclerosis present; dentin is light yellowish or whitish, with little discoloration; dentin is opaque, with little translucency or transparency
2	More sclerosis than in category 1 but less than halfway between categories 1 and 4
3	Less sclerosis than in category 4 but more than halfway between categories 1 and 4
4	Significant sclerosis present; dentin is dark yellow or even discolored (brownish); glassy appearance, with significant translucency or transparency evident

\* Adapted from Swift and colleagues with permission from Elsevier.<sup>18</sup>

**Table 2: Adhesive systems: Composition and Application**

ADHESIVE SYSTEM (MANUFACTURER)	COMPOSITION	APPLICATION PROCESS			
		Step 1: Acid Etch	Step 2: Manage Dentin Moisture		Step 3: Apply Adhesive
			Rewet group	Dry group	
<p><b>One-Step Universal Dental Adhesive System</b></p> <p>(Bisco, Schaumburg, Ill.)</p>	<p><b>Acid:</b> Uni-etch (Bisco) 32 percent phosphoric acid</p> <p><b>Adhesive:</b> Bis- GMA,* BPDM,† HEMA,‡ cointiator, acetone</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Acid etch with phosphoric acid for 15 seconds</li> <li>• Rinse with water for 15 seconds</li> </ul>	<p>Air dry with oilfree compressed air for 15 seconds and rewet with a slightly moist microbrush</p>	<p>Air dry with oilfree compressed air for 15 seconds</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Apply two coats of adhesive system under vigorous agitation</li> <li>• Air dry for 10 seconds at 20 centimeters</li> <li>• Light cure for 10 seconds at 600 mW/cm<sup>2</sup></li> </ul>
<p><b>Adper Single Bond Plus Adhesive</b></p> <p>(3M ESPE, St. Paul, Minn.)</p>	<p><b>Acid:</b> Scotchbond Etchant (3M ESPE) 35 percent phosphoric acid</p> <p><b>Adhesive:</b> Bis- GMA, HEMA, dimethacrylates, Polyalkenoic acid copolymer, initiators, water, ethanol</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Acid etch with phosphoric acid for 15 seconds</li> <li>• Rinse with water for 15 seconds</li> </ul>	<p>Air dry with oilfree compressed air for 15 seconds and rewet with a slightly moist microbrush</p>	<p>Air dry with oilfree compressed air for 15 seconds</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Apply two coats of adhesive system under vigorous agitation</li> <li>• Air dry for 10 seconds at 20 cm</li> <li>• Light cure for 10 seconds at 600 mW/cm<sup>2</sup></li> </ul>

\* Bis-GMA: Bisphenol A-glycidyl methacrylate.

† BPDM: Biphenyl dimethacrylate.

‡ HEMA: 2-Hydroxyethyl methacrylate.

**Table 3** – Distribution of non-carious cervical lesions according to research subject (gender and age) and characteristics of Class-V lesions (shape, cervico-incisal size of the lesion, degree of sclerotic dentin, presence of antagonistic, presence of attrition facets, presence of preoperative sensitivity and tooth and arch distribution).

Characteristics of research subjects	Number of lesions
<b>Gender distribution</b>	
Male	44
Female	116
<b>Age distribution (years)</b>	
20-29	20
30-39	56
39-49	72
> 49	12
Characteristics of Class-V lesions	Number of lesions
<b>Shape (degree of angle)</b>	
< 45	10
45-90	59
90-135	68
> 135	23
<b>Cervico-incisal height (mm)</b>	
< 1.5	27
1.5-2.5	37
> 2.5	96
<b>Degree of sclerotic dentin</b>	
1	97
2	42
3	13
4	08
<b>Presence of antagonist</b>	
Yes	126
No	34
<b>Attrition facet</b>	
Yes	102
No	58
<b>Pre-operative sensitivity (spontaneous)</b>	
Yes	69
No	91
<b>Tooth distribution</b>	
Anterior Incisor	25
Anterior Canines	19
Posterior PreMolar	109
Posterior Molar	7
<b>Arc distribution</b>	
Maxillary	89
Mandibular	71

**Table 4 - Number of evaluated restorations in each experimental group for each item of the modified U.S. Public Health Service criteria.\***

U.S. PHS CRITERION	CLASSIFICATION †	NO. OF RESTORATIONS, ACCORDING TO TIME POINT, ADHESIVE AND REWET/DRY PROCEDURE															
		Baseline				Six Months				12 months				24 Months			
		SB‡		OS§		SB		OS		SB		OS		SB		OS	
		Rewet	Dry	Rewet	Dry	Rewet	Dry	Rewet	Dry	Rewet	Dry	Rewet	Dry	Rewet	Dry	Rewet	Dry
Retention	A	40	40	40	40	40	40	40	40	39	40	40	38	38	39	39	37
	C	0	0	0	0	0	0	0	0	1	0	0	2	2	1	1	3
Marginal Adaptation	A	40	40	40	40	40	40	40	40	37	40	36	37	36	38	38	34
	B	0	0	0	0	0	0	0	0	2	0	4	1	2	1	1	3
	C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Marginal Discoloration	A	40	40	40	40	39	40	38	39	35	37	37	36	34	35	27	28
	B	0	0	0	0	1	0	2	1	4	3	3	2	4	4	12	9
	C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0
Secondary Caries	A	40	40	40	40	40	40	40	40	39	40	40	38	38	39	39	37
	C	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0	04
Postoperative Sensitivity	A	39	40	39	39	39	40	39	39	38	40	39	37	36	38	38	36
	C	1	0	1	1	1	0	1	1	1	0	1	1	2	1	1	1

\* U.S. PHS: U.S. Public Health Service. Source: Cvar and Ryge.<sup>25</sup>

† As defined by Cvar and Ryge<sup>25</sup> A: Alfa, signifying restorations in excellent condition, expected to last for a long time. B: Bravo, signifying one or more features that deviate from the ideal; restoration may require replacement in the near future. C: Charlie, signifying that damage to the tooth or surrounding tissue is likely to occur unless the restoration is replaced or repaired.

‡ SB: Adper Single Bond Plus Adhesive, 3M ESPE, St. Paul, Minn.

§ OS: One-Step Universal Dental Adhesive System, Bisco, Schaumburg, Ill.

## References

1. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005;21(9):864-881.
2. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes (published online ahead of print Dec. 16, 2010). *Dent Mater* 2010;26(2):e100-e121. doi:10.1016/j.dental.2009.11.148.
3. Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. *J Dent* 1997;25(5):355-372.
4. Kanca J 3rd. Wet bonding: effect of drying and distance. *Am J Dent* 1996;9(6):273-276.
5. Van Meerbeek B, Yoshida Y, Lambrechts P, et al. A TEM study of two water-based adhesive systems bonded to dry and wet dentin. *J Dent Res* 1998;77(1):50-59.
6. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater* 1996; 12(4):236-244.
7. Jacobsen T, Söderholm KJ. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent* 1998;11(5):225-228.
8. Santini A. Microleakage of resin-based composite restorations using different solvent-based bonding agents and methods of drying acid-etched dentin. *Am J Dent* 1999;12(4):194-200.
9. Reis A, Pellizzaro A, Dal-Bianco K, Gones OM, Patzlaff R, Loguercio AD. Impact of adhesive application to wet and dry dentin on long-term resin-dentin bond strengths. *Oper Dent* 2007;32(4): 380-387.
10. Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent* 2000;13(2):101-104.
11. Klein-Junior CA, Zander-Grande C, Amaral R, et al. Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths (published online ahead of print June 11, 2008). *J Dent* 2008;36(8):618-625. doi:10.1016/j.jdent.2008.04.014.
12. Jacobsen T, Söderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11(2):132-136.
13. Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. *J Dent* 1999;27(3):209-214.
14. Gwinnett AJ. Dentine bond strength after air drying and rewetting. *Am J Dent* 1994;7(3):144-148.
15. Pashley DH, Carvalho RM, Tay FR, Agee KA, Lee KW. Solvation of dried dentin matrix by water and other polar solvents. *Am J Dent* 2002;15(2):97-102.
16. Perdigão J, Geraldini S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. *J Esthet Restor Dent* 2002;14(1):31-38.
17. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaff R, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD, Reis A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength (published online ahead of print Jan. 6, 2006). *Dent Mater* 2006;22(12):1150-1156. doi:10.1016/j.dental.2005.10.010.
18. Swift EJ Jr, Perdigão J, Heymann HO, et al. Eighteen-month clinical evaluation of a filled and unfilled dentin adhesive. *J Dent* 2001;29(1):1-6.
19. Loguercio AD, Reis A, Barbosa AN, Roulet JF. Five-year doubleblind randomized clinical evaluation of a resin-modified glass ionomer and a polyacid-modified resin in noncarious cervical lesions. *J Adhes Dent* 2003;5(3):323-332.
20. Aw TC, Lepe X, Johnson GH, Mancl LA. A three-year clinical evaluation of two-bottle versus one-bottle dentin adhesives. *JADA* 2005;136(3):311-322.
21. Gallo JR, Burgess JO, Ripps AH, et al. Three-year clinical evaluation of a compomer and a resin composite as Class V filling materials. *Oper Dent* 2005;30(3):275-281.
22. Loguercio AD, Bittencourt DD, Baratieri LN, Reis A. A 36-month evaluation of self-etch and etch-and-rinse adhesives in noncarious cervical lesions. *JADA* 2007;138(4):507-514.
23. Pocock SJ. The size of a clinical trial. In: Pocock SJ. *Clinical Trials: A Practical Approach*. New York City: Wiley; 1983:123-141.
24. American Dental Association Council on Scientific Affairs. *Acceptance Program Guidelines: Dentine and Enamel Adhesive Materials*. Chicago: American Dental Association; 2001.
25. Cvar JF, Ryge G. Reprint of criteria for the clinical evaluation of dental restorative materials, 1971. *Clin Oral Investig* 2005;9(4): 215-232.
26. Gwinnett AJ. Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 1992;5(3):127-129.
27. Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 2004;20(7):669-676.
28. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CL, de Carvalho RM, da Julio Singer M, Grande RH. Moisture spectrum of demineralized dentin for adhesive systems with different solvent-bases. *J Adhes Dent* 2003;5(3):183-192.
29. Tay FR, Gwinnett JA, Wei SH. Micromorphological spectrum of acid-conditioned dentin following the application of a water-based adhesive. *Dent Mater* 1998;14(5):329-338.
30. Spencer P, Swafford JR. Unprotected protein at the dentin adhesive interface. *Quintessence Int* 1999;30(7):501-507.
31. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Sano H, Endo K, Oguchi H. The extent to which resin can infiltrate dentin by acetone-based adhesives. *J Dent Res* 2002;81(1):74-78.

32. Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Analysis of the dentin-resin interface by use of laser Raman spectroscopy. *Dent Mater* 2002;18(8): 576-580.
33. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive/ dentin interface with wet bonding. *J Dent Res* 2003;82(2): 141-145.
34. Perdigão J, Carmo AR, Geraldeli S. Eighteen-month clinical evaluation of two dentin adhesives applied on dry vs moist dentin. *J Adhes Dent* 2005;7(3):253-258.
35. Loguercio AD, Raffo J, Bassani F, et al. 24-month clinical evaluation in non-cariou cervical lesions of a two-step etch-and-rinse adhesive applied using rubbing motion (published online ahead of print April 20, 2010). *Clin Oral Investig*. doi:10.1007/s00784-010-0408-8.
36. Cho B, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater* 2004;20(2):107-115.
37. 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;11(3):213-219.
38. Takahashi A, Sato Y, Uno S, Pereira PN, Sano H. Effects of mechanical properties of adhesive resins on bond strength to dentin. *Dent Mater* 2002;18(3):263-268.
39. Reis A, Grandi V, Carlotto L, et al. Effect of smear layer thickness and acidity of self-etching solutions on early and long-term bond strength to dentin (published online ahead of print Feb. 16, 2005). *J Dent* 2005;33(7):549-559. doi:10.1016/j.jdent.2004.12.003.
40. Malacarne-Zanon J, Pashley DH, Agee KA, et al. Effects of ethanol addition on the water sorption/solubility and percent conversion of comonomers in model dental adhesives (published online ahead of print July 9, 2009). *Dent Mater* 2009;25(10):1275-1284. doi:10.1016/j.dental.2009.03.015.
41. Kalachandra S, Turner DT. Water sorption of polymethacrylate networks: bis-GMA/TEGDM copolymers. *J Biomed Mater Res* 1987; 21(3):329-338.
42. Van Dijken JW. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-cariou lesions. *Dent Mater* 2000;16(4):285-291.
43. Tyas MJ, Burrow MF. Three-year clinical evaluation of One-Step in non-cariou cervical lesions. *Am J Dent* 2002;15(5):309-311.
44. Baratieri LN, Canabarro S, Lopes GC, Ritter AV. Effect of resin viscosity and enamel beveling on the clinical performance of Class V composite restorations: three-year results. *Oper Dent* 2003;28(5): 482-487.
45. Loguercio AD, Reis A. Application of a dental adhesive using the self-etch and etch-and-rinse approaches: an 18-month clinical evaluation. *JADA* 2008;139(1):53-61.
46. Reis A, Loguercio D. A 36-month clinical evaluation of ethanol/water and acetone-based etch-and-rinse adhesives in noncariou cervical lesions. *Oper Dent* 2009;34(4):384-391.
47. Abate PF, Rodriguez VI, Macchi RL. Evaporation of solvent in one-bottle adhesives. *J Dent* 2000;28(6):437-440.
48. Cardoso Pde C, Loguercio AD, Vieira LC, Baratieri LN, Reis A. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent* 2005;7(2):143-149.
49. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res* 1990;69(10): 1652-1658.
50. Ye Q, Spencer P, Wang Y, Misra A. Relationship of solvent to the photopolymerization process, properties, and structure in model dentin adhesives. *J Biomed Mater Res A* 2007;80(2):342-350.

## Artigo 3

### Submetido: Operative Dentistry (Anexo 3

# Clinical performance of one-step self-etch adhesives applied actively in cervical lesions: 24-month clinical trial

CHRISTIANA ZANDER-GRANDE, DDS, MS

ROBERTO CÉSAR DO AMARAL DDS

ALESSANDRA REIS, DDS, PHD

ALESSANDRO DOURADO LOGUERCIO, DDS, MS, PHD

## Abstract

**Objectives:** To evaluate the clinical performance of two one-step self-etch adhesives in non-carious cervical lesions (NCCL) under active or passive application mode. **Methods:** 31 patients with 4 NCCL were enrolled in this study. One hundred and twenty four restorations were placed according to one of the following conditions: (1) APA (Adper Prompt LPop, active application), (2) APP (Adper Prompt L-Pop - passive application); (3) XEA (Xeno III - active application) and (4) XEP (Xeno III - passive application). The restorations were evaluated by the FDI criteria at baseline, after 6, 12 and 24 months of clinical service. The effects of adhesive, mode of application and recall period were assessed via mixed generalized linear model ( $\alpha=0.05$ ). **Results:** The adhesive AP and the passive application mode showed significant higher marginal staining than XE and active application, respectively ( $p < 0.05$ ). In regard to the retention rates, the active application mode yielded higher retention rates at the 24-month recall compared to the passive application, regardless of the material. The individual retention rates (%; 95% confidence interval) of both adhesive in the active application mode were the same 96.8% (83.8–99.4), while in the passive application were 87.1% (71.2–94.9) and 80.7% (63.7–90.8), respectively, for XE and AP. **Conclusions:** The active application improved the retention rates of both adhesives after 24 months and minimized the marginal staining at enamel margins.

**Key-words:** clinical evaluation, one-step self-etch adhesives, non-carious cervical lesions, active application.

**Clinical relevance statement:** The active application seems to be an easy and effective clinical alternative to improve the retention rates and reduce marginal staining of one step self-etch adhesives in non-carious cervical lesions.

Dr. Alessandra Reis, University Estadual de Ponta Grossa, Mestrado em Odontologia, Av. Carlos Cavalcanti, 4748, Bloco M, Sala 64A, – Ponta Grossa, Parana 84010-900, Brazil. E-mail: reis\_ale@hotmail.

## Introduction

The etiology of non-carious cervical lesions (NCCL) is still unclear, but their prevalence is increasing as the population continues to age. Often, these lesions need to be restored due to sensitivity or esthetic reasons or in a way to prevent further loss of dental structure. In general, the retention of resin-based composites in NCCL has shown considerable increase;<sup>1,2</sup> however, as reported by Van Dijken<sup>1</sup> there is a vast range of adhesives available from which to choose, including the older three-step version to the most recent one-step self-etch systems.

One-step self-etch adhesive systems require shorter clinical application times and they are less technique sensitive.<sup>3,4</sup> The elimination of separate etching and rinsing steps simplified the bonding technique and has been responsible for the increased popularity of these systems in the daily practice. These systems do not require removal of the smear layer and smear plugs, as they are incorporated into the hybrid layer complex.<sup>4</sup> Unfortunately, different studies have shown that some one-step self-etch adhesives produce relatively low bond strength values and inferior marginal adaptation to both enamel and dentin when compared to two-step self-etch or etch-and-rinse systems,<sup>5,6</sup> findings confirmed in a recent systematic review of clinical studies.<sup>7</sup>

The authors have reported that the clinical effectiveness of one-step self-etch adhesives was the least efficient among all classes of available adhesives. This may be partially attributed to the acidity of the adhesive system, since the interaction of the material with the underlying substrate may be quite superficial<sup>8</sup> for less acidic materials which may preclude an adequate retention of the restorative resin-based composite. In vitro studies have reported that the bond strength of self-etch adhesives to enamel<sup>9-11</sup> and dentin<sup>6,10,13,14</sup> can be improved by vigorous agitation.

This clinical approach was shown to increase the durability of adhesive interfaces produced with one-step self etch adhesives when applied to dentin.<sup>13,15</sup> It has been suggested that the active primer application may improve smear layer dissolution and improve micromechanical interlocking and chemical interaction with dentin.<sup>6,16</sup> Despite the good laboratory findings with



this technique only one study evaluated this approach clinically but a conventional etch-and-rinse system was employed.<sup>17</sup> To the extent of the author's knowledge, no study has so far addressed the benefits of active application under a clinical scenario using self-etch adhesives. Though in vitro testing methodology with aging protocols tends to predict clinical performance,<sup>18,19</sup> clinical trials remain necessary to ultimately evaluate the clinical efficacy of adhesives and/or clinical techniques. Thus, the aim of this randomized clinical trial was to evaluate the influence of the application method of two one-step self-etch adhesives placed in NCCL after 24 months of clinical service. The null hypothesis tested was that the retention rates of both materials will be similar after 24 months of clinical service, regardless the application mode.

## **Methods & Materials**

### **Study design.**

The experimental design followed the CONSORT statement.<sup>20</sup> This was a randomized, double-blind clinical trial. The study took place in the clinic of the School of Dentistry at the State University of Ponta Grossa from December 2006 to December 2010. All participants were informed about the nature and objectives of the study; however, they were not aware of what lesion received the treatments under evaluation.

### **Participants selection.**

The local Ethics Committee on Investigations Involving Human Subjects reviewed and approved the protocol and consent form for this study (protocol 6291/06). We obtained written informed consent from all participants before starting treatment. Based on pre-established criteria, 31 volunteers from the city of Ponta Grossa, Paraná, Brazil were selected for this study.

### **Inclusion and exclusion criteria.**

A total of 48 participants were examined in a dental chair to check if they meet the inclusion and exclusion criteria (described below) (Figure 1) by three calibrated dental students. The qualified patients were recruited in the order in

which they reported for the screening session, thus forming a convenience sample. The evaluations were performed using a mouth mirror, an explorer and a periodontal probe. Participants had to be healthy and should be at least 18 years old. They should have an acceptable oral hygiene level and present at least 20 teeth under occlusion. They were required to have at least four NCCL to be restored in four different teeth. These lesions had to be non-carious, non-retentive with more than 1 mm deep and involve both the enamel and dentin of vital teeth without mobility. The cavo-surface margin could not involve more than 50% of enamel.<sup>2</sup>

All patients were given oral hygiene instructions before operative treatment was performed. Patients with extremely poor oral hygiene, severe or chronic periodontitis or heavy bruxism habits were excluded from the study.

#### **Interventions: restorative procedure.**

Two weeks before the restorative procedures, all the volunteers received a dental screening and a dental prophylaxis with pumice and water in a rubber cup and signed an informed consent form. Before restoration placement, some features of the NCCL were evaluated. The degree of sclerotic dentin was measured according to the criteria described by Swift et al.<sup>21</sup> (Table 1). The cavity dimensions in mm (height, width and depth) and the geometry of the cavity (evaluated by photograph profile and labeled at  $< 45^\circ$ ,  $45^\circ - 90^\circ$ ,  $90^\circ - 135^\circ$ ,  $> 135^\circ$ ; Figure 2) was also recorded. Other features such as presence of antagonist and attrition facet was observed and recorded. These features were recorded to allow comparison of the baseline features of the dentin cavities among experimental groups. For the calibration procedure step, the experienced clinician placed one restoration of each group in order to identify all restorative steps involved in the application technique. Then, each operator placed four restorations for each group under the supervision of the experienced clinician. The restoration deficiencies were shown to the operators prior to starting the study. Only after that, the operators were considered calibrated to perform the restorative procedures. The same calibrated dental students who participated in the patient screening selection restored all teeth under the supervision of an experienced clinician. All participants received four

restorations, one of each experimental group in different teeth with similar characteristic, such as deep, shape, dentin sclerosis and others.

The operator classified the order of the teeth to be restored. After that, the groups were described in opaque papers that were folded and randomly selected by a third person not involved in the research protocol. The allocation assignment of the four groups was revealed by opening these folded papers in the day of the restorative procedure. The operator was not blinded to group assignment when administering interventions; however participants were blinded to the group assignment. Before placing the rubber dam, the operators anesthetized the teeth (Mepiv 3%, NovaDFL, Rio de Janeiro, RJ, Brazil) and cleaned all lesions with pumice and water in a rubber cup (ref #8040RA and #8045RA, KG Sorensen, Barueri, SP, Brazil), followed by rinsing and drying. Using a shade selection guide, the proper shade of the composite was determined. Following the ADA guidelines<sup>22</sup> the operators did not prepare any additional retention or bevel. Then, the cavities received the self-etch adhesive systems Adper Prompt L-Pop (3M ESPE, St Paul, MN, USA) or Xeno III (Dentsply Caulk, Milford, DE, USA) applied under active or passive application. Their composition, application mode and batch number are described in Table 2.

1. *Passive application [P]:* In these groups, the adhesive was only spread over the entire surface for approximately three to five seconds and was left undisturbed for

15 to 20 s (Table 2). Then, an air stream was applied for 10 s at a distance of 20 cm. The air-dry pressure used was 40 psi (0.27 MPa).

2. *Active application [A]:* The adhesive was rigorously agitated on the entire dentin surface for approximately 15 to 20 s (Table 2). The microbrush was scrubbed on the dentin surface under manual pressure (equivalent to approximately  $34.5 \pm 6.9$  g, tested in an analytical balance before the beginning of the clinical trial). An air stream was applied for 10 s at a distance of 20 cm. The air-dry pressure used was 40 psi (0.27 MPa).

The resin-based composites Esthet X (Dentsply Caulk, Milford, DE, USA) and Filtek Z250 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) were used in combination with Xeno III [XE] or Adper Prompt L-Pop [AP] respectively. The cavities were restored in three increments and each one light-cured for 40 s (VIP light-curing unit, Bisco Inc. Schaumburg, IL, USA; 600 mW/cm<sup>2</sup>). The restorations were finished with fine-grain diamond burs and the polishing procedure was performed with abrasive discs (Sof-Lex Pop-On discs, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) one week after placement of the restorations.

### **Sample size calculation.**

The retention rate of the antecessor of Adper Prompt L-Pop, commercially available as Prompt L-Pop was reported to be 69% after 12 months of clinical service.<sup>23</sup> Using an  $\alpha$  of 0.05, a power of 80% and a two-sided test, the minimal sample size was 31 restorations in each group in order to detect a difference of 25% among the tested groups.<sup>24</sup>

### **Clinical evaluation.**

Two experienced and calibrated examiners, not involved in the placement of the restorations and therefore blinded to the group assignment performed the evaluation. For training purposes, the examiners observed 10 photographs that were representative of each score for each criterion. They evaluated 10 to 15 teeth together and on two occasions. An intra-examiner and inter-examiner agreement of at least 85 percent was necessary before the beginning of the evaluation.<sup>25</sup>

All parameters during evaluation were recorded using a standardized paper case report form. The evaluation paper had to be sent after each observation to the research auxiliary, so that evaluators were blinded to group assignment during follow-up recalls. The restorations were evaluated by the FDI criteria<sup>26,27</sup> at baseline and after six, 12 and 24 months of clinical service. Only the most relevant items for testing the adhesive performance was selected (Table 3). The primary clinical endpoint was restoration retention/fractures but the following secondary endpoints were also evaluated: marginal staining, marginal adaptation, postoperative sensitivity and recurrence of caries. Those

variables were ranked in the following scores: clinically very good; clinically good; clinically sufficient/satisfactory; clinically unsatisfactory and clinically poor. Both examiners evaluated all the restorations once and independently. When disagreements occurred during the evaluations, they had to reach a consensus before the participant was dismissed.

The restoration retention rates were calculated according to the ADA guidelines (ADA, 2001). Cumulative failure percentage =  $[(PF+NF)/(PF+RR)] \times 100\%$ , where PF is the number of previous failures before the current recall, NF is the number of new failures during the current recall and RR is the number of currently recalled restorations.<sup>22</sup>

### **Statistical analysis.**

Descriptive statistics were used to describe the distributions of the evaluated criteria. Statistical analysis for each individual item was performed, as well as for each property. The effects of adhesive, mode of application and time were assessed via mixed generalized linear model<sup>28</sup> associated to a link function. This was required because the items marginal adaptation and caries recurrence had only two responses and thus a binary model should be used for this analysis. For all others items a multinomial model was used. As the four groups were always placed in the same patient, the patient was considered as the repeated measure.

Two different statistical analyses were run. One followed the intention-to-treat protocol which included all teeth in their originally randomized groups, even those that were not able to analyze in the scheduled recall visits. In this case, we fill in the missing data carrying the last observed value of such teeth. The second approach followed the per-protocol or on-treatment approach, where the participants with missing data were excluded from the statistical analysis. The first approach is more conservative and less open to bias than the second one.

### **Results**

The restorative procedures were implemented exactly as planned and no modification was performed. No subgroup analysis was done. Seventeen out of

48 participants initially screened were excluded from the study because they did not fulfill the inclusion criteria. Thus, a total of 31 subjects (12 men and 19 women), with a mean age of 48 years were enrolled. One hundred and twenty four restorations were placed, 31 for each group (Figure 1). All details regarding the research subjects and characteristics of the restored lesions are presented in Table 4. Both statistical analyses (intention-to-treat and per protocol) led to similar conclusions (data not shown) and the p-values reported in this section are from the intention-to-treat analysis. All research subjects were evaluated at the baseline and in the 6-, 12- and 24-month recalls. When a restoration was lost, the other criteria could not be evaluated as the restoration was no longer in place. In the intention-to-treat protocol, we fill in this missing data carrying the last observed value of such teeth.

### ***Esthetic properties***

In regard to the **marginal staining**, only the main factors adhesive ( $p = 0.011$ ), application mode ( $p = 0.008$ ) and recall period ( $p < 0.001$ ) were statistically significant. At the 24-month recall, four restorations from XEA, nine from XEP, eight from ADA and thirteen from APP showed marginal staining (Table 5). The adhesive AP and the passive application mode showed significant higher marginal staining than XE and active application, respectively. The overall marginal staining in the active and passive groups were 19.4% (95% CI 11.4 – 30.9%) and 35.5 (95% CI 24.7 – 47.9) (Figure 2). The marginal staining was statistically higher in the 12 and 24 month recall in comparison with the baseline and 6-month findings.

### ***Functional properties***

For **marginal adaptation**, only the main factor recall period was statistically significant ( $p < 0.001$ ), meaning that lack of marginal adaptation was more often observed in the 12 and 24 month recalls compared to baseline and 6-month findings. Although at the 24-month recall, a total of 30 restorations showed lack of marginal adaptation in the enamel margins, they were all considered clinically good (Table 5). In regard to the **retention rates**, only the main factors application mode ( $p < 0.0001$ ) and recall period ( $p < 0.0001$ ) were statistically significant. The active application mode yielded higher retention

rates at the 24-month recall compared to the passive application, regardless of the material. A total of 2 and 10 restorations from the active and passive application modes respectively were lost and considered clinically not acceptable (Table 5). The overall retention rates for the active and passive groups were 96.8 (95% CI 89.0 – 99.1) and 83.9 (95%CI 72.8 – 91.0) respectively. The individual retention rates of XE and AD in the active application mode were the same 96.8% (95% CI 83.8 – 99.4), while in the passive application were 87.1% (95% CI 71.2 – 94.9) and 80.7% (95% CI 63.7 – 90.8) respectively for XE and AD (Table 5; Figure 3).

For the item **fracture**, the main factors adhesive ( $p < 0.01$ ) and recall period ( $p < 0.001$ ) were statistically significant. More fractures were observed for the passive application group (eight for XEP and 10 for APP) than in the passive application (two for XEA and four for APA). The adhesive AP showed significantly more fractures than XE and this was shown to increase in the latter recall periods (12 and 24-month recall vs. baseline and 6-month recall). These twenty four small fractures detected at the 24-month recall were all considered clinically good (Table 5).

### ***Biological properties***

For the item **secondary caries**, only the main factor recall time ( $p = 0.003$ ) was statistically significant. After 24 months a total of eight restorations showed signs of secondary caries but they were all ranked as clinically good. In regard to **post-operative sensitivity**, no difference was detected among groups since no report of post-operative sensitivity was recorded throughout the study period.

### ***Overall analysis***

The overall analysis of the study results (Table 6) demonstrated that only the lack of retention of the clinical restorations were considered as clinically unacceptable and this loss of class V restorations could be significantly improved by the active adhesive application.

## Discussion

In order to predict the clinical behavior of adhesive systems, laboratory tests such as tensile or shear bond strength tests and microleakage tests are usually performed. Commonly, it is difficult to compare the results from different studies, since testing procedures are variable.<sup>29</sup> In vitro tests are unable to replicate all the oral environment conditions like moisture, physical stresses, chewing habits, dietary components and changes in temperature and oral pH simultaneously. Although a potential relationship between pooled bond strength data and clinical outcomes were demonstrated in recent reviews of the literature,<sup>18,19</sup> it is of common sense that in vitro screening tests do not always reflect the performance of the material in the real condition which makes the clinical testing the ultimate proof of effectiveness. Due to the fast advance of dental materials and the time required for clinical testing and to publish results, clinical trials are still limited in number. The NCCL are ideal to test the performance of dentin bonding systems because they are non-retentive and they are usually available in a higher number for clinical testing. Ineffective bonding frequently results in restoration loss, which is the most objective evaluation parameter of clinical studies.<sup>7</sup>

Although one-step, self-etch adhesive systems are marketed as simplified materials, a more complex chemistry is required to blend hydrophilic and hydrophobic monomers, water, solvents and additives.<sup>3,30</sup> Water is essential, because it provides the ionization medium for the self-etch activity. Other solvents, such as acetone and ethanol, are necessary to dissolve both hydrophilic and hydrophobic monomers into one single phase<sup>31</sup> and assist water to evaporate upon completion of the self-etch process. Because of these features, one-step self-etch adhesives are reported to behave as permeable membranes after polymerization<sup>32,33</sup> allowing the diffusion of water from the hybridized dentin to the adhesive surfaces.<sup>34</sup> Altogether these factors have been blamed for the lower retention rates of one-step self-etch systems in clinical trials when compared to their two-step version.<sup>7,35,36</sup> In the present investigation, the retention rates of both adhesives investigated were increased by active adhesive application and this led us to reject the anticipated null hypothesis. Retention rates of 96.8% were observed for both adhesives under



active application. Other studies reported retention rates varying from 75 to 90% for Adper Prompt L-Pop after one to two years of clinical service and 90-93% for Xeno III (Dentsply).<sup>23,37-41</sup> Compared with existing literature, the retention rates of XE and AP applied actively in the present study were the highest already reported after 24 months of clinical service, resembling those achieved with three-step etch-and-rinse systems.<sup>7,42</sup>

The active application may accelerate solvent evaporation and increase the diffusion rate of monomer inside the smear layer, carrying fresh acidic resin monomers to the basal part of the etched dentin. This may produce a more aggressive demineralization<sup>43</sup> and promote a better interaction with the smear layer and underlying dentin.<sup>14,16</sup> This method can also increase the moieties' kinetics and allow for better monomer diffusion inward, while solvents are diffusing outward. Laboratory tests investigating the active application of etch-and-rinse adhesives<sup>44,45</sup> and self-etch adhesives<sup>9,11,13,14</sup> has also reached good results. This was also confirmed in in vitro longevity studies for one-step self-etch<sup>13,15</sup> and in one recent clinical trial that employed an acetone-based two-step etch-and-rinse adhesive system.<sup>17</sup>

In regard to the marginal staining, this started being observed in the present study after 12 months, mainly for the passive application groups. Marginal staining is primarily the result of infiltration of colored molecules into the interface and/or inside the adhesive layer. Simplified one-step self-etch adhesives are much more hydrophilic than their two step counterparts.<sup>46</sup> The hydrophilic nature of methacrylate copolymers allows increased water sorption<sup>46-48</sup> and this is a time-driven process, meaning that the more the contact of the adhesive with water, the higher the water sorption ratio.<sup>46-48</sup> As a consequence of polymer swelling caused by water, the frictional forces between the polymer chains are reduced<sup>49</sup> leading to solubility of residual monomers and oligomers, which makes the adhesive interface even more porous and prone to marginal staining over time. The prevalence of marginal staining was similar to previous clinical studies<sup>17,40,50-52</sup> and in most of the cases would be easily solved by re-polishing the restoration margins.<sup>39</sup> The lower marginal staining rates in the active application groups may be attributed to the improved quality of the polymer due to the higher water/solvent evaporation and also to

deeper etching of the enamel margins and consequently better resin infiltration.<sup>53</sup>

In terms of marginal adaptation, all groups were similar one another, but lack of marginal adaptation was increasingly seen in the later recall periods. These findings can also justify the increase of the marginal staining as it was already demonstrated that marginal adaptation is usually correlated with marginal staining.<sup>38,54</sup> The intervention and control groups were implemented in participants from both sexes older than 18 years old and thus the results of the present trial apply for adult population having NCCL with similar features than the ones selected to be included in this clinical trial. Further longer term-evaluations should be carried out in order to detect if the positive findings of active application of one-step self-etch detected here at the 24-month evaluation still remains after long term clinical service.

## **Conclusions**

Within the limitations of the present study we can conclude that the active application of one-step self-etch systems improved the retention rates of class V restorations and minimized the marginal staining in the enamel margins. As long as one step self-etch systems are employed actively, retention rates similar to those reported in the literature for three-step etch-and-rinse systems can be achieved.

## References

1. Van Dijken J (2001) Durability of new restorative materials in class III cavities *Journal of Adhesive Dentistry* **3(1)** 65-70.
2. Loguercio AD, Reis A, Barbosa AN & Roulet JF (2003) Five-year double-blind randomized clinical evaluation of a resin-modified glass ionomer and a polyacid-modified resin in non-carious cervical lesions *Journal of Adhesive Dentistry* **5(4)** 323-332.
3. Tay FR & Pashley DH (2003) Have dentin adhesives become too hydrophilic *Journal of the Canadian Dental Association* **69(11)** 726-731.
4. Perdigão J (2007) New developments in dental adhesion *Dental Clinics of North America* **51(2)** 333-351 357.
5. Frankenberger R & Tay FR (2005) Self-etch vs etch-and-rinse adhesives: Effect of thermomechanical fatigue loading on marginal quality of bonded resin composite restorations *Dental Materials* **21(5)** 397-412.
6. Can Say E, Nakajima M, Senawongse P, Soyman M, Özer F, Ogata M & Tagami J (2006) Microtensile bond strength of a filled vs unfilled adhesive to dentin using self-etch and total-etch technique *Journal of Dentistry* **34(4)** 283-291.
7. Heintze SD, Ruffieux C & Rousson V (2010) Clinical performance of cervical restorations - A metaanalysis *Dental Materials* **26(10)** 993-1000.
8. Moura SK, Pelizzaro A, Dal Bianco K, De Goes MF, Loguercio AD, Reis A & Grande RHM (2006) Does the acidity of self-etch primers affect bond strength and surface morphology of enamel *J Adhesive Dentistry* **8(2)** 75-83.
9. Ando S, Watanabe T, Tsubota K, Yaoshida T, Irokawa A, Takamizawa T, Kurokawa H & Miyazaki (2008) Effect of adhesive application methods on bond strength to bovine enamel *Journal of Oral Science* **50(2)** 181-186.
10. Velasquez LM, Sergent RS, Burgess JO & Mercante DE (2006) Effect of placement agitation and placement time on the shear bond strength of 3 self-etching adhesives *Operative Dentistry* **31(4)** 426-430.
11. Torres CR, Barcellos DC, Pucci CR, Lima G de M, Rodrigues CM & Siviero M (2009) Influence of methods of application of self-etching adhesive systems on adhesive bond strength to enamel *Journal of Adhesive Dentistry* **11(4)** 279-286.
12. Chan K, Tay FR, King NM, Imazato S & Pashley DH (2003) Bonding of mild self-etching primers/adhesives to dentin with thick smear layers *American Journal of Dentistry* **16(5)** 340-346.
13. Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel MD, Reis A & Loguercio AD (2009) Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin *Journal of Dentistry* **37(1)** 82-90.
14. Amaral RC, Stanislawczuk RG, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A & Loguercio AD (2010) Bond strength and quality of the hybrid layer of one-step self-etch adhesives applied with agitation on dentin *Operative Dentistry* **35(2)** 211-219.
15. Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A & Reis A (2011) Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine *Journal of Dentistry* **39(8)** 578-587.
16. Miyazaki M, Platt JA, Onose H & Moore BK (1996) Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength *Operative Dentistry* **21(4)** 167-172.
17. Loguercio AD, Raffo J, Bassani F, Balestrini H, Santo D, Amaral RC & Reis (2011) 24-month clinical evaluation in non-carious cervical lesions of a two-step etch-and-rinse adhesive applied using rubbing motion *Clinical Oral Investigation* **15(4)** 589-596.
18. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A & De Munck J (2010) Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes *Dental Materials* **26(2)** e100-e121.
19. Heintze SD & Rousson V (2011) Pooling of dentin microtensile bond strength data improves clinical correlation *Journal of Adhesive Dentistry* **13(2)** 107-110.
20. Schulz KF, Altman DG, Moher D & CONSORT Group (2011) CONSORT 2010 statement: updated guidelines for reporting parallel group randomised trials *International Journal of Surgery* **9(8)** 672-677.
21. Swift Jr EJ, Perdigão J, Heymann HO, Wilder Jr AD, Bayne SC, May Jr KN, Sturdevant JR & Roberson TM (2001) Eighteen-month clinical evaluation of a filled and unfilled dentin adhesive *Journal of Dentistry* **29(1)** 1-6.
22. American Dental Association Council on Scientific Affairs (2011) *Acceptance program guidelines: Dentin and enamel adhesive materials* American Dental Association, Chicago.
23. Brackett WW, Covey DA & St Germain HA Jr (2002) One year clinical performance of a self-etching adhesive in Class V resin composites cured by two methods *Operative Dentistry* **27(3)** 218-222.
24. Pocock SJ (1983) The size of a clinical trial In: Pocock SJ *Clinical trials: a practical approach* John Wiley & Sons, Chinchester 123-141.
25. Cvar JF, Ryge G & Schmalz G (2005) Reprint of criteria for the clinical evaluation of dental restorative materials *Clinical Oral Investigations* **9(4)** 7-24.
26. HICKEL R, ROULET JF, BAYNE S, HEINTZE SD, MJÖR IA, PETERS M, ROUSSON V, RANDALL R, SCHMALZ G, TYAS M & VANHERLE G (2007) Recommendations for conducting controlled studies of dental restoratives materials. Science committee project 2/98 – FDI world dental federation study design (Part I) and criteria for evaluation (Part II) of direct and indirect restoration including onlays and partial crowns *Journal of Adhesive Dentistry* **9(1)** 121-147.
27. HICKEL R, PESCHKE A, TYAS M, MJÖR I, BAYNE S, PETERS M, HILLER KA, RANDALL R, VANHERLE G & HEINTZE SD (2010) FDI World dental federation – clinical criteria for the evaluation of direct and indirect restorations. Update and clinical examples *Journal of Adhesive Dentistry* **12(4)** 259-272.
28. McCullagh J & Nelder PA (1989) *Generalized linear models* Chapman and Hall, London.
29. De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Cardoso MV, Van Landuyt KL, Peumans M & Van Meerbeek B (2012) Meta-analytical review of parameters involved in dentin bonding *Journal of Dental Research* **2012** **91(4)** 351-357.

30. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P & Vanherle G (2003) Buonocore Memorial Lecture. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges *Operative Dentistry* **28(3)** 215-235.
31. Furukawa M, Shigetani Y, Finger WJ, Hoffmann M, Kanehira M, Endo T & Komatsu M (2008) All-in-one self etch model adhesives: HEMA-free and without phase separation *Journal of Dentistry* **36(6)** 402-408.
32. Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R & Miller M (2004) Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence *American Journal of Dentistry* **17(4)** 271-278.
33. Tay FR, Pashley DH, Garcia-Godoy F & Yiu CK (2004) Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part II. Silver tracer penetration evidence *American Journal of Dentistry* **17(5)** 315-322.
34. Tay FR, Pashley DH & Yoshiyama M (2002) Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives *Journal of Dental Research* **81(7)** 472-476.
35. Reis A, Leite TM, Matté K, Michels R, Amaral RC, Geraldini S & Loguercio AD (2009) Improving clinical retention of one-step self-etching adhesive systems with an additional hydrophobic adhesive layer *Journal of the American Dental Association* **140(7)** 877-885.
36. Loguercio AD, Mânica D, Ferneda F, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Carvalho RM, Manso AP & Reis A (2010) A randomized clinical evaluation of a one- and two-step self-etch adhesive over 24 months *Operative Dentistry* **35(3)** 265-272.
37. Van Dijken JW (2004) Durability of three simplified adhesive systems in Class V non-cariou cervical dentin lesions *American Journal of Dentistry* **17(1)** 27-32.
38. Sugizaki J, Morigami M, Uno S & Yamada T (2007) Clinical evaluation and interfacial morphology observation of Xeno III self-etching resin bonding and restorative system *Dental Materials Journal* **26(4)** 602-607.
39. Van Dijken JW, Sunnegardh-Grönberg K & Sörensson E (2007) Clinical bonding of a single-step self-etching adhesive in non-cariou cervical lesions *Journal of Adhesive Dentistry* **9(Supplement 2)** 241-243.
40. Loguercio AD, Bittencourt DD, Baratieri LN & Reis A (2007) A 36-month evaluation of self-etch and etch-and-rinse adhesives in non-cariou cervical lesions *Journal of the American Dental Association* **138(4)** 507-514.
41. Schattenberg A, Werling U, Willershausen B & Ernst CP (2008) Two-year clinical performance of two one-step self-etching adhesives in the restoration of cervical lesions *Clinical Oral Investigations* **12(3)** 225-232.
42. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2005) Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials *Dental Materials* **21(9)** 864-881.
43. Azevedo Manhães L, Cerque 455 ira Oliveira D, Martins Marques M & Bona Matos A (2005) Influence of er:YAG laser surface treatment and primer application methods on microtensile bond strength self-etching systems *Photomedicine and Laser Surgery* **23(3)** 304-312.
44. Jacobsen T & Söderholm KJ (1998) Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin *American Journal of Dentistry* **11(5)** 225-258.
45. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaft R, de Oliveira Bauer JR, Loguercio AD & Reis A (2006) Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength *Dental Materials* **22(12)** 1150-1156.
46. Ito S, Hoshino T, Iijima M, Tsukamoto N, Pashley DH & Saito T (2010) Water sorption/solubility of self-etching dentin bonding agents *Dental Materials* **26(7)** 617-626.
47. Yiu CK, King NM, Carrilho MR, Sauro S, Rueggeberg FA, Prati C, Carvalho RM, Pashley DH & Tay FR (2006) Effect of resin hydrophilicity and temperature on water sorption of dental adhesive resins *Biomaterials* **27(9)** 1695-1703.
48. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, Yiu CK & Carrilho MRO (2006) Water sorption/solubility of dental adhesive resins *Dental Materials* **22(10)** 973-980.
49. Kalachandra S & Turner DT (1987) Water sorption of polymethacrylate networks: bis-GMA/TEGDMA copolymers *Journal of Biomedical Materials Research* **21(3)** 329-338.
50. Swift EJ Jr, Perdigão J, Heymann HO, Wilder AD Jr, Bayne SC, May KN Jr, Sturdevant JR & Roberson TM (2001) Eighteen-month clinical evaluation of a filled and unfilled dentin adhesive *Journal of Dentistry* **29(1)** 1-6.
51. Gallo JR, Burgess JO, Ripps AH, Walker RS, Ireland EJ, Mercante DE & Davidson JM (2005) Three year clinical evaluation of a compomer and a resin composite as class V filling materials *Operative Dentistry* **30(3)** 275-281.
52. Burrow MF & Tyas MJ (2007) Clinical evaluation of three adhesive systems for the restoration of non-cariou cervical lesions *Operative Dentistry* **32(1)** 11-15.
53. Cehreli SB & Eminkahyagil N (2006) Effect of active pretreatment of self-etching primers on the ultramorphology of intact primary and permanent tooth enamel *Journal of Dentistry for Children* **482** **73(2)** 86-90.
54. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2007) Five-year clinical effectiveness of a two-step self-etching adhesive *Journal of Adhesive Dentistry* **9(1)** 7-10.

## Figure legends

**Figure 1** – Flow diagram. Np: number of patients, Nr: number of restorations.

**Figure 2** – Overall marginal staining for active and passive application groups.

**Figure 3** – Overall retention rates for active and passive application groups.

**Table 1-** Dentin sclerosis scale (\*)

CATEGORY	CRITERIA
1	No sclerosis present; dentin is light yellowish or whitish, with little discoloration; dentin is opaque, with little translucency or transparency
2	More sclerosis than in category 1 but less than halfway between categories 1 and 4
3	Less sclerosis than in category 4 but more than halfway between categories 1 and 4
4	Significant sclerosis present; dentin is dark yellow or even discolored (brownish); glassy appearance, with significant translucency or transparency evident
* Adapted from Swift & co-workers	

**Table 2 -** Adhesive systems: composition and application mode.

Adhesive systems	Composition	Mode of Application	Application Mode (*)
<i>Adper Prompt L-Pop (AD - 3M ESPE, St Paul, MN, USA)</i>	<b>Liquid 1</b> (red blister): Methacrylated phosphoric esters, Bis-GMA, initiators based on camphorquinone and stabilizers	Active (manufacturer's recommendation)	a, b1, c, b1, c, d
	<b>Liquid 2</b> (yellow blister): Water, HEMA, polyalkenoic acid and stabilizers	Passive	a, b2, c, b2, c, d
<i>Xeno III (XE - Dentsply Caulk Milford, DE, USA)</i>	<b>Liquid A</b> (green cap): HEMA, Purified water, Ethanol, UDMA, BHT, highly dispersed silicon dioxide	Active	a, b3, c, d
	<b>Liquid B</b> (black cap): Phosphoric acid modified polymethacrylate resin, PEM-F, modified methacrylate resin, UDMA, Camphorquinone, Ethyl-4-dimethylaminobenzoate	Passive (manufacturer's recommendation)	a, b4, c, d
(*) a: Dispense equal amounts of Liquid A or 1 and Liquid B or 2 and mix them in mixing well thoroughly (5 s); b1: Apply one coat with agitation for 15-20 s; b2: Apply one coat passively and leave undisturbed for at least 15-20 s; b3: Apply one coat with agitation for 20 s; b4: Apply one coat passively and leave undisturbed for at least 20 s; c: air-dry for 10 s at 20 cm; d: light-cure (10 s - 600 mW/cm <sup>2</sup> ).			
Bis-GMA: bisphenol A diglycidyl methacrylate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate; BHT: Butylated hydroxy toluene; PEM-F: pentamethacryloyloxyethylcyclohexaphosphazene monofluoride; UDMA: urethane dimethacrylate; MDP: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate			

Table 3 – FDI criteria used for clinical evaluation (Hickel et al., 2007; 2010)

	Functional Properties			Biological Properties	
	Esthetic Property	2. Fractures and retention	3. Marginal adaptation	4. Postoperative sensitivity	5. Secondary caries
1. Clinically very good	1.1 No marginal staining	2.1 Restoration retained, no fractures / cracks	3.1 Harmonious outline, no gaps, no discoloration.	4.1 No hypersensitivity.	5.1 No secondary or primary caries
2. Clinically good (after correction very good)	1.2 Minor marginal staining, easily removable by polishing.	2.2 Small hairline crack.	3.2.1 Marginal gap (50 µm). 3.2.2 Small marginal fracture removable by polishing.	4.2 Low hypersensitivity for a limited period of time	5.2 Very small and localized demineralization. No operative treatment required
3. Clinically sufficient / satisfactory (minor shortcomings with no adverse effects but not adjustable without damage to the tooth)	1.3 Moderate marginal staining, not esthetically unacceptable.	2.3 Two or more or larger hairline cracks and/or chipping (not affecting the marginal integrity).	3.3.1 Gap < 150 µm not removable 3.3.2. Several small enamel or dentin fractures	4.3.1 Premature / slightly more intense 4.3.2 Delayed/weak sensitivity; no subjective complaints, no treatment needed.	5.3 Larger areas of demineralization, but only preventive measures necessary (dentine not exposed)
4. Clinically unsatisfactory (repair for prophylactic reasons)	1.4 Pronounced marginal staining; major intervention necessary for improvement	2.4 Chipping fractures which damage marginal quality; bulk fractures with or without partial loss (less than half of the restoration).	3.4.1 Gap > 250 µm or dentine/base exposed. 3.4.2. chip fracture damaging margins 3.4.3 Notable enamel or dentine wall fracture	4.4.1 Premature/ very intense 4.4.2 Extremely delayed/weak with subjective complaints 4.4.3 Negative Sensitivity intervention necessary but not replacement.	5.4 Caries with cavitation (localized and accessible and can be repaired
5. Clinically poor (replacement necessary)	1.5 Deep marginal staining not accessible for intervention.	2.5 (Partial or complete) loss of restoration.	3.5 Filling is loose but in situ.	4.5 Very intense, acute pulpitis or non vital. Endodontic treatment is necessary and restoration has to be replaced.	5.5 Deep secondary caries or exposed dentine that is not accessible for repair of restoration.
Acceptable or not acceptable (n, % and reasons)	Aesthetic criteria	Functional criteria		Biological criteria	

Table 4 – Demographic characteristic of research subject and features of NCCL.

Characteristics of research subjects	Number of lesions			
<b>Gender distribution</b>				
Male	48			
Female	76			
<b>Age distribution (years)</b>				
20-29	04			
30-39	36			
39-49	40			
> 49	44			
Characteristics of NCCL	Number of lesions			
	XEA	XEP	APA	APP
<b>Shape (degree of angle)</b>				
< 45	01	01	01	01
45-90	08	08	09	10
90-135	12	14	10	12
> 135	10	08	11	08
<b>Cervico-incisal height (mm)</b>				
< 1.5	02	02	02	02
1.5-2.5	09	03	09	06
> 2.5	20	26	20	22
<b>Degree of sclerotic dentin</b>				
1	10	09	11	08
2	18	19	17	20
3	02	02	01	01
4	01	01	02	02
<b>Presence of antagonist</b>				
Yes	29	29	30	28
No	02	02	01	02
<b>Attrition facet</b>				
Yes	26	26	25	25
No	05	05	06	06
<b>Pre-operative sensitivity (spontaneous)</b>				
Yes	15	15	17	15
No	16	16	14	16
<b>Tooth distribution</b>				
Incisors	02	02	02	02
Canines	05	06	08	09
Premolars	21	20	20	19
Molars	03	03	01	01
<b>Arch distribution</b>				
Maxillary	15	15	13	13
Mandibular	16	16	18	18



Table 5 - Number of restorations for each experimental group classified according to the FDI criteria (Hickel et al., 2007; 2010)

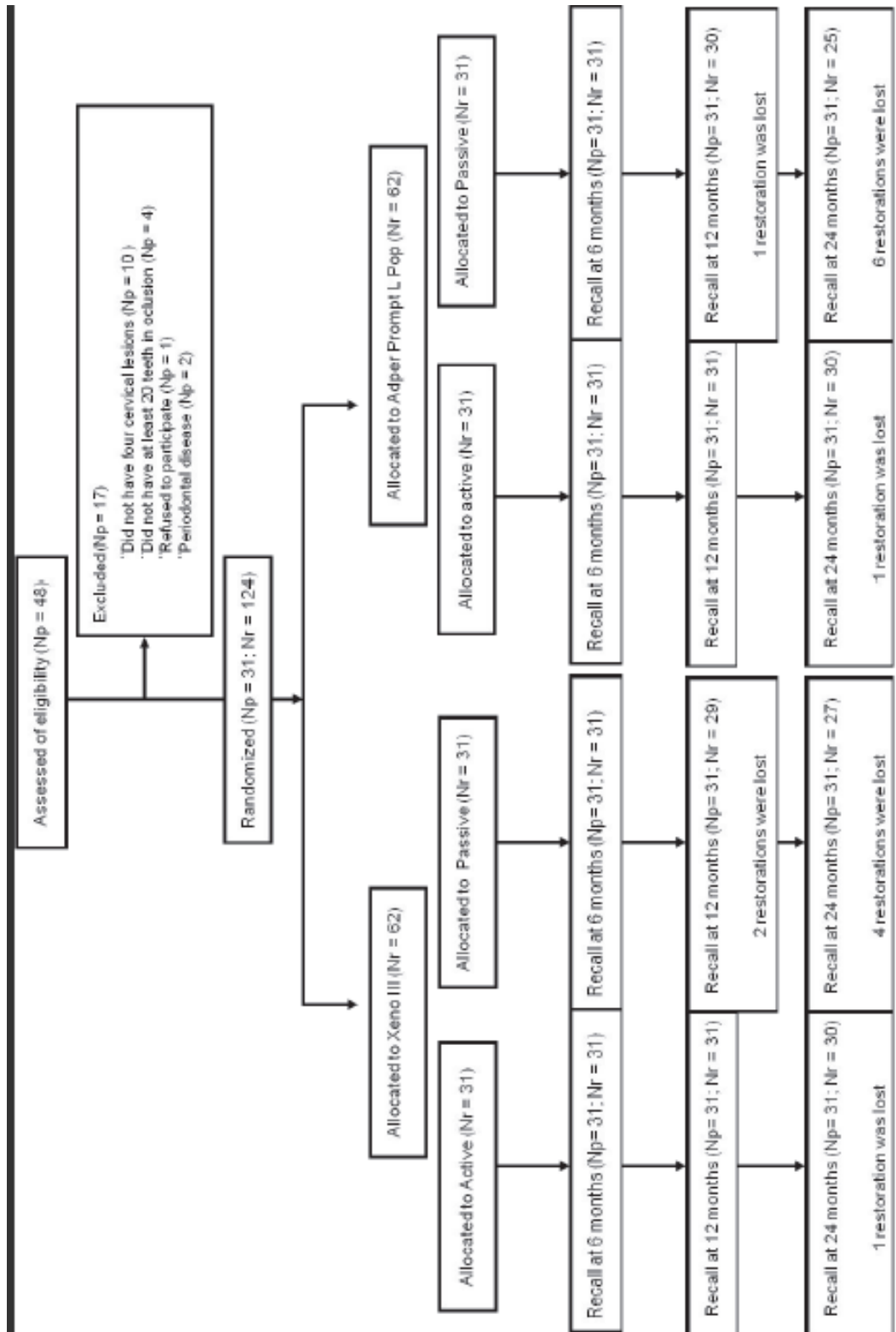
Hickel criteria	(*)	Baseline											
		06 months			12 months			24 months					
		XEA	XEP	APA	APP	XEA	XEP	APA	APP	XEA	XEP	APA	APP
1. Marginal staining	VG	31	31	31	31	31	31	31	31	28	23	24	20
	GO	--	--	--	--	--	--	03	06	07	09	04	08
	SS	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	01
	UN	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	PO	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
2. Fractures and retention	VG	31	31	31	31	31	31	31	31	31	27	30	26
	GO	--	--	--	--	--	--	--	02	01	03	02	06
	SS	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	02
	UN	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	PO	--	--	--	--	--	--	--	02	--	--	02	01
3. Marginal adaptation	VG	31	31	31	31	31	31	31	31	27	27	28	23
	GO	--	--	--	--	--	--	--	04	02	03	06	06
	SS	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	UN	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	PO	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
4. Post-operative sensitivity	VG	29	31	30	30	31	31	31	31	31	29	31	29
	GO	02	--	01	01	--	--	--	--	--	--	--	--
	SS	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	UN	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	PO	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
5. Secondary caries	VG	31	31	31	31	31	31	31	31	29	31	27	28
	GO	--	--	--	--	--	--	--	02	--	01	01	02
	SS	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	UN	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--
	PO	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--	--

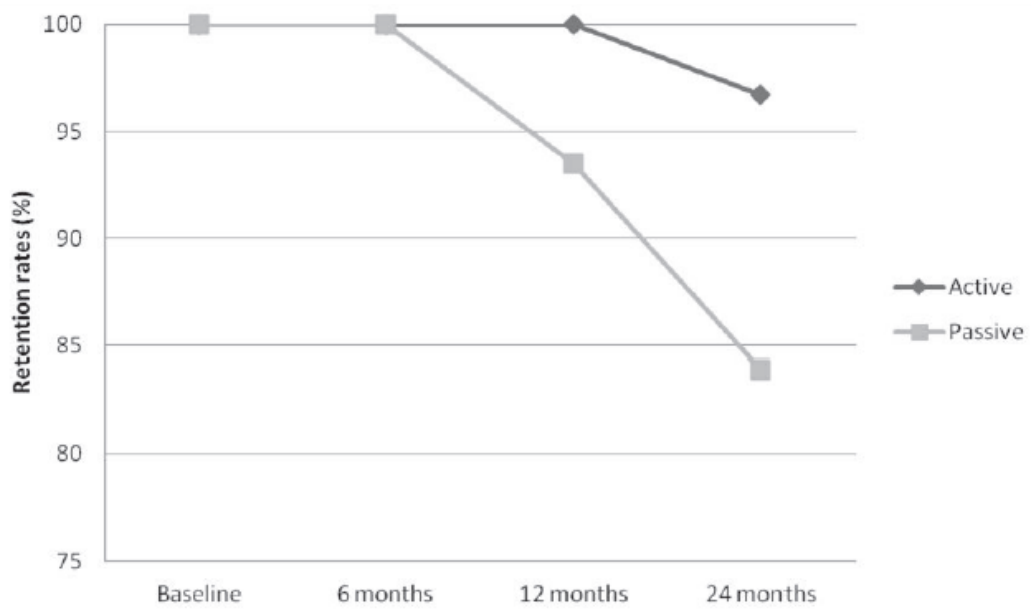
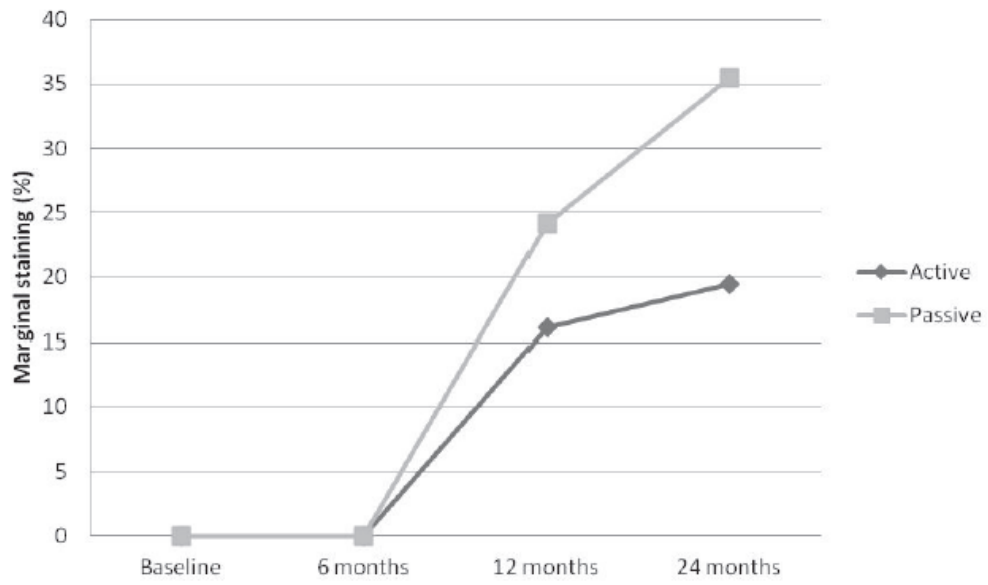
(\*) VG for clinically very good; GO for clinically good; SS for clinically sufficient/satisfactory; UN for clinically unsatisfactory and; PO for clinically poor.



Table 6 – Restorations acceptable or not acceptable according to the FDI criteria at the 24-month recall (Hickel et al., 2007; 2010)

	Aesthetic												Functional												Biological											
	1. Staining margin						2. Fractures and retention						3. Marginal adaptation						4. Postoperative (hyper-) sensitivity						5. Recurrence of caries											
	XEA	XEP	APA	APP	APA	APP	XEA	XEP	XEA	XEP	APA	APP	XEA	XEP	XEA	XEP	APA	APP	XEA	XEP	XEA	XEP	APA	APP	XEA	XEP	XEA	XEP	APA	APP						
Acceptable	31	31	31	31	30	27	30	27	30	25	31	25	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31	31						
Not acceptable	00	00	00	00	01	04	01	04	01	06	00	06	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00	00						
Reasons	Total loss of the restorations																																			





## 4. DISCUSSÃO GERAL

### 4.1 Estudos *in vitro* x estudos *in vivo*

Na tentativa de prever o comportamento clínico dos sistemas adesivos disponíveis no mercado, estudos laboratoriais, como os estudos de resistência de união e microinfiltração marginal são massivamente realizados. Porém, comparar os resultados de tais pesquisas, tornou-se cada vez mais difícil em decorrência da diferença das múltiplas variáveis apresentadas (Van Dijken et al.<sup>63</sup> 1999; Van Dijken<sup>64</sup> 2000). Os estudos em laboratório foram interessantes e populares por muito tempo por fornecerem resultados rápidos, permitindo a evolução tecnológica dos sistemas adesivos e possibilitando que os fabricantes disseminassem no mercado um maior número de produtos, mesmo antes de serem submetidos a testes clínicos (Van Meerbeek et al.<sup>65</sup> 2010).

Esses estudos *in vitro* possuem muitas limitações, pois são incapazes de reproduzir o ambiente bucal de forma fiel. Fatores como a umidade, os hábitos alimentares, os hábitos de higiene, o estresse das forças mastigatórias, e mudanças de pH e temperatura, não podem ser reproduzidos de forma satisfatória e nem simultaneamente (Hashimoto et al.<sup>66</sup> 2000).

Mesmo com tais limitações uma recente revisão de literatura (Van Meerbeek et al.<sup>65</sup> 2010) demonstrou uma potencial relação entre os resultados obtidos em estudos *in vitro*, de resistência de união, e achados clínicos, de retenção de restaurações de resina composta em lesões cervicais. Porém, para a maioria dos autores, infelizmente, os estudos laboratoriais nem sempre refletem o comportamento do material em uma situação clínica. Sendo assim, as pesquisas clínicas continuam sendo as mais fidedignas para expressar o comportamento real de determinados materiais e/ou técnicas em determinadas situações (Van Meerbeek et al.<sup>67</sup> 1994; Gladys et al.<sup>68</sup> 1997; Van Meerbeek et al.<sup>69</sup> 1998; Van Dijken et al.<sup>63</sup> 1999; Van Meerbeek et al.<sup>6</sup> 2003b; Peumans et al.<sup>2</sup> 2005; Heintze et al.<sup>70</sup> 2010).

Por outro lado existem diversas dificuldades na condução de estudos clínicos. As pesquisas clínicas são dispendiosas financeiramente, exigem colaboração dos pacientes e os resultados são coletados somente após um

longo prazo, o que torna a divulgação dos dados mais demorada e conseqüentemente reduz o número de publicações conduzidas (Heintze et al.<sup>70</sup> 2010; Peumans et al.<sup>71</sup> 2010). Outra dificuldade na condução de estudos clínicos é conseguir uma adequada taxa de retorno dos pacientes nas avaliações. Alguns estudos relatam taxas de retorno menores que 50% (Ritter et al.<sup>72</sup> 2009; Wilder et al.<sup>73</sup> 2009). Nos estudos apresentados neste trabalho, a taxa de retorno foi superior a 90%, porém isto é de difícil obtenção.

Em decorrência destes fatos, novos materiais são frequentemente lançados no mercado sem nenhum estudo clínico que ateste seu bom desempenho (Gladys et al.<sup>68</sup> 1997; Van Dijken<sup>64</sup> 2000; Heintze et al.<sup>70</sup> 2010; Peumans et al.<sup>71</sup> 2010). Desta maneira, os estudos laboratoriais são de grande utilidade, pois os mesmos propiciam uma triagem dos piores e dos melhores produtos disponíveis, ou seja, um produto que apresentar resultados indesejáveis em testes laboratoriais, não deve ser testado em um ensaio clínico. Assim, apenas materiais com um bom desempenho *in vitro* são merecedores de testes clínicos (Heintze et al.<sup>74</sup> 2011).

#### 4.2 Estudos *in vivo*

As restaurações de classe V em lesões cervicais não cariosas são recomendadas pela ADA no intuito de avaliar clinicamente os sistemas adesivos (ADA<sup>55</sup> 2001). Isso se deve ao fato dessas lesões serem relativamente comuns na população adulta e não apresentarem retenções macromecânicas e possuírem margens tanto em esmalte quanto em dentina (Van Meerbeek et al.<sup>69</sup> 1998). Além disso, as restaurações ocorrem, em sua maioria, em dentes anteriores ou pré-molares ficando facilmente expostas à inspeção visual e facilitando as avaliações futuras.

Essas lesões apresentam uma superfície com dentina obliterada de 5 a 10 µm dificultando a penetração dos monômeros resinosos para o interior do tecido dentinário (Gwinnett, Jendresen<sup>75</sup> 1978). Ou seja, as lesões de classe V não cariosas são um grande desafio para os sistemas adesivos. O insucesso da adesão comumente resulta em perda da restauração, que é o parâmetro clínico mais objetivo dos estudos clínicos (Peumans et al.<sup>2</sup> 2005; Heintze et al.<sup>70</sup> 2010).

Uma recente revisão sistemática da literatura (Chee et al.<sup>76</sup> 2012) concorda que as lesões cervicais não cariosas são as melhores cavidades para colocar em prova o comportamento clínico dos diferentes tipos de sistemas adesivos disponíveis no mercado. Porém, afirmam que é necessária uma maior uniformização da metodologia dos estudos clínicos e de como seus dados coletados são relatados, uma vez que mesmo que a maior parte dos estudos demonstre performances clínicas desejáveis para a maioria dos sistemas adesivos testados, ainda existem variações significativas no comportamento clínico de adesivos de uma mesma categoria. Ou seja, tornam-se necessários estudos com metodologia e registros padronizados de maneira que seus resultados possam futuramente ser comparados.

Para entender os resultados de um ensaio clínico randomizado (ECR), é necessário conhecer seu desenho experimental, modo de condução, análise e interpretação. Tais objetivos são alcançados somente se houver transparência completa dos autores na redação científica do texto (Dainesi, Aligieri<sup>77</sup> 2005). Para melhorar a qualidade do relato dos ECRs, investigadores e editores criaram, na década de 90, as recomendações conhecidas como CONSORT (*Consolidated Standards of Reporting Trials*) (Schulz et al.<sup>78</sup> 2010).

Esta padronização descreve como deve ser a descrição de vários itens que vão desde o recrutamento até a interpretação dos dados e cuja omissão pode se associar a desvios na avaliação do efeito do tratamento. Além disso, tais informações são cruciais para aquilatar a relevância e a confiabilidade dos resultados (Schulz et al.<sup>78</sup> 2010). Os quatro estágios de um estudo clínico randomizado: recrutamento, alocação, seguimento e análise (Moher et al.<sup>79</sup> 2010), devem explicitar o número de participantes em cada grupo de intervenção, descrevendo detalhadamente quantos pacientes foram excluídos em cada passo da análise dos dados. O fornecimento desses números permite, entre outras coisas, que o leitor julgue se os autores realizaram ou não uma análise da intenção de tratar, na qual todos os pacientes são incluídos na análise, independentemente de sua aderência ao protocolo ou participação nas chamadas de acompanhamento ou simplesmente uma análise por protocolo, onde pacientes que não aderiram ou não participaram das avaliações são excluídos da análise.

Na literatura odontológica poucos estudos clínicos são redigidos seguindo a normativa do CONSORT. Nesta tese, o estudo clínico 2 foi redigido de acordo com estes princípios, o que denota que os autores estão cada vez mais preocupados em aderir a estas recomendações. Além disto, esta mudança é cada vez mais necessária, uma vez que a grande maioria dos periódicos da área odontológica, atualmente, requer que os estudos clínicos sigam estas normativas.

#### 4.3 Modificação dos protocolos de aplicação dos sistemas adesivos

Os adesivos convencionais que usam o passo do condicionamento ácido separadamente, normalmente utilizam como agente condicionador da dentina o ácido fosfórico em diferentes concentrações. Este agente desmineraliza o substrato, deixando suas fibrilas colágenas expostas, mais úmidas e permeáveis (Rosales-Leal et al.<sup>80</sup> 2001). Após o condicionamento ácido, a superfície desmineralizada deve ter sua umidade determinada. A quantidade de água ideal para permitir uma eficaz penetração dos monômeros resinosos no íntimo da dentina desmineralizada, proporcionando a formação de uma camada híbrida resistente, ainda é um dos pontos mais discutidos na odontologia adesiva.

A literatura revisada demonstrou que há muito tempo preconiza-se a manutenção de um substrato dentinário úmido para a obtenção de uma boa adesão. Esta umidade prévia à aplicação do sistema adesivo possui papel fundamental na infiltração dos monômeros resinosos (Kanca<sup>81</sup> 1994; Reis et al.<sup>82</sup> 2003). A água, por possuir a capacidade de formar pontes de hidrogênio e ter baixo peso molecular, mantém os espaços interfibrilares expandidos, permitindo a infiltração dos monômeros pelos poros nanométricos da dentina.

Porém, na tentativa de padronizar esta umidade, dois quadros indesejáveis podem ocorrer: a secagem em excesso ou o umedecimento excessivo da dentina. Quando a secagem exagerada acontece, as fibrilas colágenas colapsam e a infiltração monomérica é insuficiente (Pashley et al.<sup>35</sup> 2002); quando o contrário acontece, a grande quantidade de água na superfície, além de diluir o agente adesivo, atua como uma barreira física, não permitindo a penetração dos monômeros (Tay et al.<sup>9</sup> 1996). Quando o primeiro

quadro se apresenta é possível sua reversão pelo simples reumedecimento da superfície da dentina, que expande as fibrilas colágenas colabadas (Gwinnett<sup>83</sup> 1994, Perdigão et al.<sup>84</sup> 1998, Perdigão et al.<sup>85</sup> 1999).

A padronização desta umidade é bastante subjetiva, já que a interpretação da umidade é variável de acordo com quem executa a técnica adesiva (Miyazaki et al.<sup>86</sup> 2000) e ainda varia em função do tempo de secagem (Kanca<sup>87</sup> 1996, Miyazaki et al.<sup>40</sup> 1996, Santini<sup>88</sup> 1999), da distância entre o jato de ar e a superfície da dentina (Kanca<sup>87</sup> 1996), do tipo de solvente existente no adesivo (Reis et al.<sup>82</sup> 2003), entre outros fatores.

Do ponto de vista clínico, seria desejável alcançar adesão duradoura e estável em substrato desmineralizado seco, pois além de eliminar as dificuldades técnicas de se determinar a umidade ideal do substrato dentinário, eliminaria os efeitos deletérios da água na formação de um polímero rígido dentro da camada híbrida. O fato de estudos laboratoriais terem demonstrado que a adesão em substrato dentinário desmineralizado e seco é viável, desde que a forma de aplicação seja realizada de forma vigorosa (Dal Bianco et al.<sup>89</sup> 2006, Reis et al.<sup>90</sup> 2007) motivou à condução de um estudo clínico que investigasse este aspecto. Resultados bastante promissores foram encontrados neste estudo clínico; pois não houve diferença entre a taxa de retenção de dois sistemas adesivos quando aplicados de forma ativa na dentina seca e úmida. Estes achados são concordantes com um estudo clínico anterior publicado por Perdigão et al.<sup>91</sup> 2005.

De forma semelhante aos adesivos convencionais simplificados, os sistemas simplificados de passo único, possuem grandes quantidades de monômeros hidrófilos incorporados, fato esse que confere a estes materiais compatibilidade ao tecido dentinário. Entretanto, essa característica origina alguns efeitos prejudiciais na formação de um polímero resistente. As finas camadas proporcionadas por estes sistemas adesivos implicam em uma inadequada polimerização pela inibição de polimerização pelo oxigênio (Ruggeberg, Margesson<sup>92</sup> 1990), assim como a grande capacidade de sorção de água diminui o módulo de elasticidade da resina e conseqüentemente a resistência de união (Ito et al.<sup>37</sup> 2005). Desta forma, a camada híbrida formada



é semipermeável (Tay et al.<sup>24</sup> 2002) permitindo a passagem de água, mesmo depois de sua polimerização, facilitando a degradação e diminuindo a longevidade da união (Tay et al.<sup>24</sup> 2002).

Com o objetivo de minimizar os efeitos deletérios, melhorar a resistência de união e a longevidade destes agentes de união, a forma como são aplicados nos substratos, principalmente na dentina, parece ser de grande relevância (Velásquez et al.<sup>93</sup> 2006). Os fabricantes, em sua generalidade, fornecem ao consumidor um protocolo de como deve ser feita a aplicação do referido produto de forma a garantir bons resultados. Porém, muitos destes protocolos clínicos de aplicação são pura e simplesmente especulações do fabricante, sem embasamento científico algum.

No estudo laboratorial apresentado, os sistemas adesivos foram aplicados da maneira recomendada pelos fabricantes. Os piores ou melhores resultados foram atribuídos não ao protocolo de aplicação utilizado, e sim, a composição dos materiais em questão. Ou seja, se nenhuma modificação de protocolo é praticada, a discussão dos resultados depende quase que exclusivamente da composição química dos materiais, pois a forma de aplicação não segue um padrão predeterminado.

Com a intenção de melhorar as propriedades dos sistemas adesivos e evitar os problemas inerentes à adesão no substrato dentinário, estudos diversificaram a forma de aplicação dos mesmos. Para adesivos autocondicionantes foi demonstrado que a aplicação ativa e vigorosa destes materiais proporcionou um aumento dos valores de resistência de união à dentina e ao esmalte (Loguercio et al.<sup>94</sup> 2011). Apesar destes achados laboratoriais, não havia na literatura consultada nenhum estudo clínico que tivesse investigado o benefício desta alternativa no desempenho destes produtos na retenção de restaurações adesivas.

Os resultados da segunda pesquisa clínica apresentada demonstraram que ao empregar a aplicação ativa, as diferenças na composição química puderam ser dribladas; ou seja, certas características químicas que poderiam conferir uma menor adesão a determinado produto, quando aplicado da

maneira tradicional, puderam ser neutralizadas com um protocolo de aplicação alternativo.

Para o primeiro estudo clínico a umidade da dentina foi variável para ambos os sistemas adesivos, SB (etanol/água) e OS (acetona), sendo utilizada a maneira de aplicação vigorosa. Observamos que independentemente da umidade dentinária (seco x úmido), as taxas de retenção ao longo do tempo para ambos os adesivos foram altas, de tal modo que o dilema da padronização da umidade dentinária, relatado por Reis et al.<sup>95</sup> (2007), e o do desempenho inferior do adesivo à base de acetona (Reis, Loguercio<sup>96</sup> 2009), pode ser driblado pela aplicação ativa.

De forma semelhante, a aplicação ativa de dois adesivos autocondicionantes no segundo estudo clínico resultou em maiores taxas de retenção após 24 meses, e as diferenças composicionais entre os materiais não foram tão predominantes no seu desempenho clínico.

Observamos então, um consenso na literatura de que a aplicação ativa, também chamada vigorosa, efetivamente produziu bons resultados, tanto em estudos laboratoriais, quanto em estudos clínicos. Resultados estes atribuídos aos fenômenos a seguir explanados. Primeiramente, uma boa adesão, independente do tipo do sistema adesivo utilizado. A boa adesão é associada à formação de uma camada híbrida uniforme e coesa. A aplicação ativa proporciona um substrato plenamente infiltrado, sem espaços resultantes de infiltração monomérica incompleta, espaços estes facilmente propícios à degradação (Miyasaki et al.<sup>97</sup> 2001; Wang, Spencer<sup>98</sup> 2003). Isso porque a aplicação ativa aumenta a energia cinética das moléculas facilitando a penetração dos monômeros para dentro das fibrilas colágenas, e facilitando também, a difusão dos solventes para fora do substrato (Cho, Dickens<sup>99</sup> 2004; Loguercio et al.<sup>100</sup> 2009). Essa evaporação ou eliminação dos solventes e da umidade residual de forma conjunta, por meio da taxa de evaporação dos mesmos, melhora as propriedades do polímero formado e em decorrência, toda rede molecular é otimizada (Cho, Dickens<sup>99</sup> 2004).

No entanto, não se pode negar que o modo de aplicação vigorosa não foi capaz de evitar completamente a degradação da interface adesiva, já que

algumas restaurações foram perdidas ao longo do estudo. Embora esta técnica melhore a impregnação de resina na rede colágena desmineralizada, não pode alterar a natureza do adesivo, que continua a ser intrínsecamente hidrófilo e, portanto, ainda propenso à sorção de água (Yiu et al.<sup>20</sup> 2006; Malacarne et al.<sup>17</sup> 2006). Além disso, o modo de aplicação vigorosa não inativa as atividades colagenolítica e gelatinolítica endógenas, derivadas do condicionamento da dentina, que é responsável pela desintegração progressiva da rede de fibras colágenas (Pashey et al.<sup>101</sup> 2004; Hebling et al.<sup>102</sup> 2005; Brackett et al.<sup>103</sup> 2007; Carrilho et al.<sup>104</sup> 2007).

Nessa discussão foram abordadas apenas as variações de protocolos adesivos, de maneira que, pudemos observar que as modificações implementadas em cada estudo, implicaram em significativas melhoras na longevidade dos sistemas adesivos utilizados. Muito ainda deve ser feito para que um protocolo ideal seja formulado, e são esses estudos que possibilitarão que este objetivo seja alcançado.

## 5. CONCLUSÃO

Apesar das limitações existentes, os trabalhos desenvolvidos neste estudo possibilitaram as seguintes conclusões:

1. Novos protocolos de aplicação podem melhorar os resultados clínicos em longo prazo dos diferentes sistemas adesivos, quando comparados aos protocolos recomendados pelos fabricantes;
2. A aplicação ativa melhorou as taxas de retenção dos sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes testados, ao longo do tempo, para ambos os estudos clínicos;
3. Novos estudos clínicos são necessários para testar diferentes protocolos de aplicação dos sistemas adesivos.

## REFERÊNCIAS<sup>1</sup>

1. Manhart J, Chen HY, Hamm G, Hickel R. Review of the clinical survival of direct and indirect restorations in posterior teeth of the permanent dentition. *Oper Dent.* 2004; 29:481-508.
2. Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater.* 2005; 21:864-81.
3. De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. *J Dent Res.* 2005; 84:118-32.
4. 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; 24:90-101.
5. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch-and-rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent.* 2003; 28:647-60.a
6. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Adhesion to enamel and dentin: Current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003; 28:215-35.b
7. Gwinnett AJ, Matsui A. A study of enamel adhesives. The physical relationship between enamel and adhesive. *Arch Oral Biol.* 1967; 12:1615-20.
8. Perdigão J, May Jr. KN, Wilder Jr. AD, Lopes M. The effect of depth of dentin demineralization on bond strengths and morphology of the hybrid layer. *Oper Dent.* 2000; 25:186-94.
9. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. The overwet phenomenon: a transmission electron microscopic study of surface moisture in the acid-conditioned, resin-dentin interface. *Am J Dent.* 1996; 9:161-6.
10. Tay FR, Gwinnett AJ, Wei SH. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single bottle primer/adhesives. *Dent Mater.* 1996; 12:236-44.
11. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res.* 2005; 84:1160-64.
12. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrecht P, Vanherle B. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent.* 2003; 16:414-20.
13. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomater.* 2007; 28:3757-85.
14. Perdigão J, Gomes G, Gondo R, Fundingstand JW. In vitro performance of all in one adhesives. Part I – Microtensile bond strengths. *J Adhes Dent.* 2006; 8:367-73.

<sup>1</sup> De acordo com as normas do Programa de Pós-graduação em Odontologia da UEPG, baseado no modelo Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com o Medline.

15. Reis AF, Bedran-Russo AKB, Gianini M, Pereira PNR. Interfacial ultramorphology of single-step adhesives nanolackage as a function of time. *J Oral Rehabil.* 2007; 34:213-21.
16. Heintze SD, Blunck U, Göhring TN, Rousson V. Marginal adaptation in vitro and clinical outcome of class V restorations. *Dent Mater.* 2009; 25:605-20.
17. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Sviero N, Pashey DH, Tay FR, Yiu CK, Carrilho MRO. Water sorption/solubility of dental adhesive resin. *Dent Mater.* 2006; 22:973-80.
18. Tay FR, Pashley DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? *J Can Dent Assoc.* 2003; 69:726-31.
19. Tay FR, Frankenberger R, Krejci I, Bouillaguet S, Pashley DH, Carvalho RM, Lai CNS. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. I. in vivo evidence. *J Dent.* 2004; 32:611-21.
20. Yiu CKY, Hiraishi N, Chersoni S, Breschi L, Ferrari M, Prati C, King NNM, Pashley DH, Tay FR. Single-bottle adhesives behave as permeable membranes after polymerization. II. differential permeability reduction with an oxalate desensitizer. *J Dent.* 2006; 34:106-16.
21. Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Coutinho E, Peumans M, Jacques S, Lambrecht P, Van Meerbeek B. Technique sensitivity of water-free one-step adhesives. *Dent Mater.* 2008; 24:1258-67.a
22. Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Are one-step adhesives easier to use and better performing. Multi-factorial assessment of contemporary one-step self-etch adhesives. *J Adhes Dent.* 2008; 11: 175-90.b
23. Frankenberger R, Strobel WO, Lohbauer U, Krämer N, Petschelt A. The effect of six years of water storage on resin composite bonding to human dentin. *J Biomed Mater Res B App Biomater. Part B,* 2004; 69:25-32.
24. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent.* 2002; 30:371-82.
25. Yoshida Y, Van Meerbeek B, Nakayama Y, Snauwaert J, Hellemans L, Lambrechts P, Vanherle G, Wasaka K. Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces. *J Dent Res.* 2000; 79:709-14.
26. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, Ikeda T, Van Landuyt K, Maida T, Lambrechts P, Peumans M. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater.* 2007; 23:71-80.
27. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent.* 2008; 10:251-58.
28. Monticelli F, Osório R, Mazzitelli C, Ferrari M, Toledano M. Limited decalcification/diffusion of self-adhesive cements into dentin. *J Dent Res.* 2008; 87:974-79.
29. Loguercio AD, Mânica D, Fereda F, Zander-Grande C, Amaral RC, Stanislawczuk R, Carvalho RMC, Manso A, Reis A. A randomized clinical evaluation of one- and two-step self-etch adhesive over 24 months. *Oper Dent.* 2010; 35:265-72.

30. Reis A, Mânica D, Ferneda F, Amaral RC, Stanislawczuk R, Manso A, Carvalho RM, Loguercio AD. A 24-month randomized clinical trial of a two- and three-step etch-and-rinse technique. *Am J Dent.* 2010; 23:231-6.
31. El-Din AKN, Abd El-Mohsen MM. Effect of changing application times on adhesive systems bond strengths. *J Dent.* 2002; 15:321-24.
32. Miyazaki M, Tsubota K, Onose H, Hinoura K. Influence of adhesive application duration on dentin bond strength of single-application bonding systems. *Oper Dent.* 2002; 27: 278-83.
33. Cardoso PC, Loguercio AD, Vieira LCC, Baratieri LN, Reis A. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent.* 2005; 7:1-7.
34. Frankenberger R, Perdigão J, Rosa BT. "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives: a microtensile bond strength and morphologic study. *Dent Mater.* 2001; 17:373-80.
35. Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR. Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent.* 2002; 30:83-90.
36. Hashimoto M, Sano H, Yoshida E, Hori M, Kaga M, Oguchi H, Pashley DH. Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Oper Dent.* 2004; 29:416-23.
37. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, Wallerg JL, Pashley DH. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent.* 2005; 7:133-41.
38. Nakaoki, Y, Sasakawa, W, Horiuchi, S, Nagano F, Ikeda T, Tanaka T, Inoue S, Uno S, Sano H, Sidhu SK. Effect of double-application of all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Dent.* 2005; 33:765-72.
39. Pasquantonio G, Tay F R, Mazzoni A, Suppa P, Ruggeri Jr A, Falconi M, Di Lenarda R, Breschi L. Electric device improves bonds of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2007; 23:513-18.
40. Miyazaki M, Platt JA, Onose H, Moore BK. Influence of dentin primer application methods on dentin bond strength. *Oper Dent.* 1996; 21:167-172.
41. Jacobsen T, Söderholm KJM. Effect of primer solvent, primer agitation, and dentin dryness on shear bond strength to dentin. *Am J Dent.* 1998; 11:225-28.
42. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaft R, Bauer JRO, Loguercio AD, Reis A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength. *Dent Mater.* 2006; 22:1150-56.
43. Heintze SD. Systematic reviews. I. Correlation between laboratory tests on marginal quality and bond strength. II. The correlation between marginal quality and clinical outcome. *J Adhes Dent.* 2007; 9:77-106.
44. Burke FJT, Hussain A, Nolan L, Fleming GJP. Methods used in dentine bonding tests: an analysis of 102 investigations on bond strength. *Eur J Prosthodont Rest Dent.* 2008; 16:1605-14.

45. ISO. Dental Materials – testing of adhesion to tooth structure. Technical specification no. 11405; 2003.
46. Sano H, Shono T, Sonoda H, Tkatsu T, Ciucchi B, Cravalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile Bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater.* 1994; 10:236-40.
47. Pashley DH, Cravalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshlyama M, Shono Y et al. The microtensile bond test : a review, *J Adhes Dent.* 1999; 1:299-309.
48. Oilo G. Bond strength testing – what does it mean. *Int Dent J.* 1993; 43:492-8.
49. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent.* 1989; 17:61-7.
50. Söderholm KJ, Correlation of in vivo and in vitro performance of adhesive restorative materials: a report of the ASC MD156 task group on test methods for the adhesion of restorative materials. *Dent Mater.* 1991; 7:74-83.
51. Prati C. What is the clinical relevance of in vitro dentin permeability tests? *J Dent.* 1994; 22:83-8.
52. Sudsangiam S, Van Noort R. Do dentin bond strength tests serve a useful purpose? *J Adhes Dent.* 1999; 1:57-67.
53. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010; 26: 100-21.
54. Tyas MJ. Clinical evaluation of five adhesive systems: three year results. *Int Dent J.* 1996; 46:10-4.
55. American Dental Association Council on Scientific Affairs. Acceptance program guidelines. Dentin and enamel adhesive materials. Chicago: American Dental Association; 2001. P. 12.
56. De Munck J, Mine A, Poitevin A, Van Ende A, Van Meerbeek G. Testing bond strength. A review of the literature. In; *Acad of Dent Mater.* 2009 Abstract 2009.
57. Loguercio AD, Reis A, Barbosa AN, Roulet JF. Five-year double-blind randomized clinical evaluation of a resin-modified glass ionomer and a polyacid-modified resin in noncarious cervical lesions. *J Adhes Dent.* 2003; 5:323-32.
58. Swift EJ Jr, Perdigão J, Heymann HO, et al. Eighteen-month clinical evaluation of a filled and unfilled dentin adhesive. *J Dent.* 2001; 29:1-6.
59. Schulz KF, Altman DG, Moher D & CONSORT Group. CONSORT 2010 statement: updated guidelines for reporting parallel group randomized trials. *Int J Surg.* 2011; 9:672-677.
60. Cvar JF, Ryge G & Schmalz G. Reprint of criteria for the clinical evaluation of dental restorative materials. *Clin Oral Inves.* 2005; 9:7-24.



61. Hickel R, Roulet JF, Bayne S, Heintze SD, Mjör IA, Peters M, Rousson V, Randall R, Schmalz G, Tyas M & Vanherle G. Recommendations for conducting controlled studies of dental restoratives materials. Science committee project 2/98 – FDI world dental federation study design (Part I) and criteria for evaluation (Part II) of direct and indirect restoration including onlays and partial crowns. *J Adhese Dent.* 2007; 9: 121-147.
62. Hickel R, Peschke A, Tyas M, Mjör I, Bayne S, Peters M, Hiller KA, Randall R, Vanherle G & Heintze SD. FDI World dental federation – clinical criteria for the evaluation of direct and indirect restorations. Update and clinical examples. *J Adhes Dent.* 2011; 12:259-272.
63. Van Dijken JWV. Multi-step versus simplified enamel-dentin bonding systems. *Real Clin.* 1999; 10:199-222.
64. Van Dijken JWV. Clinical evaluation of three adhesive systems in class V non-cariou lesions. *Dent Mater.* 2000; 16:285-91.
65. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength test and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010; 26: 100-21.
66. Hashimoto M, Ohno H, Kaga M, Endo K, Sano H, Oguchi H. In vivo degradation of resin-dentin bonds in humans over 1 to 3 years. *J Dent Res.* 2000; 79: 1385-91.
67. Van Meerbeek B, Peumans M, Verschueren M, Gladys S, Braem M, Lambrechts P, et al. Clinical status of ten dentin adhesive systems. *J Dent Res.* 1994; 73:1690-702.
68. Gladys S. In vitro and in vivo characterization of hybrid restorative materials. Leuven, Beulgium: Thesis Leuven University Press, 1997.
69. Van Meerbeek B, Perdigão J, Lambrechts P, Vanherle G. The clinical performance of adhesives. *J Dent.* 1998; 26:1-20.
70. Heintze SD, Ruffieux C, Rousson V. Clinical performance of cervical restorations - A meta-analysis. *Dental Materials.* 2010; 26:993-1000.
71. Peumans M, De Munck J, Van Landuyt KL, Poitevin A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Eight-year clinical evaluation of a 2-step self-etch adhesive with and without selective enamel etching. *Dental Materials.* 2010; 26:1176-84.
72. Ritter AV, Swift Jr EJ, Heymann HO, Studevant JR, Wilder Jr AD. An eighth-year clinical evaluation of filled and unfilled one-bottle dental adhesives. *J Am Dent assoc.* 2009; 140:28-37; quiz 111-2.
73. Wilder Jr AD, Swift Jr EJ, Heymann HO, Ritter AV, Studevant JR, Bayne SC. A 12-year clinical evaluation of a three-step dentin adhesive in noncariou cervical lesions. *J Am Dent Assoc.* 2009; 140:526-35.
74. Heintze SD, Thunpithayakul C, Armstrong SR, Rousson V. Correlation between microtensile bond strength data and clinical outcome of class V restorations. *Dent Mater.* 2011; 27:114-25.

75. Gwinnett AJ, Jendresen MD. Micromorphologic features of cervical erosion after acid conditioning and its relation with composite resin. *J Dent Res.* 1978; 57:543-9.
76. Chee B, Rickman LJ, Satterthwaite JD. Adhesives for the restoration of non-cariouse cervical lesions: a systematic review. *J Dent.* 2012; 40:443-52.
77. Dainesi SM, Aligieri P. Como as recomendações “CONSORT” podem assegurar a qualidade dos relatos de estudos clínicos? *Rev Assoc Med Bras.* 2005; 51:66.
78. Schulz KF, Altman DG, Moher D, for the CONSORT Group. CONSORT 2010 Statement: updated guidelines for reporting parallel group randomised trials. *Trials* 2010, 11:32. (24 March 2010).
79. Moher D, Hopewell S, Schutz KF, Montori V, Gotzsche PC, Devereaux PJ, Elbourne D, Egger M, Altman DG. CONSORT 2010 explanation and elaboration: updated guidelines for reporting parallel group randomised trials. *Int J Sur.* 2012; 10:28-55.
80. Rosales-Leal JI, Osório R, Holgado-Terriza JA, Cabrenizo-Vilchez MA, Toledano M. Dentin wetting by four adhesive system. *Dent Mater.* 2001; 17:526-532
81. Kanca J, Gwinnett AJ. Successful marginal adaptation of a dentin-enamel bonding system in vitro and in vivo. *J Esthet Dent.* 1994; 6:286-294.
82. Reis A, Loguercio AD, Azevedo CLN, Carvalho RM, Singer JM, Grande RHM. Moisture spectrum of desmineralized dentin for different solvent-based adhesive system. *J Adhes Dent.* 2003; 5:183-192.
83. Gwinnett AJ. Dentin bond strength after air draying and rewetting. *Am J Dent.* 1994; 7:144-148.
84. Perdigão J, Swift Jr E, Heymann HO, Malek MA. Effect of a re-wetting agent on the performance of acetone-based dentin adhesives. *Am J Dent.* 1998; 11:207-213.
85. Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater.* 1999; 15:282-295.
86. Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Effect of operator variability on dentin bond strength of two-step bonding systems. *Am J Dent.* 2000; 13:101-104.
87. Kanca J. Wet bonding: effect of drying and distance. *Am J Dent.* 1996; 9:273-276.
88. Santini A. Microleakage of resin-based composite restorations using different solvent-based bonding agents and methods of drying acid-etched dentin. *Am J Dent.* 1999; 12:194-200.
89. Dal-Bianco K, Pellizzaro A, Patzlaf R, Bauer JRO, Loguercio AD, Reis A. Effects of moisture degree and rubbing action on the immediate resin-dentin bond strength. *Dent Mater.* 2006; 22:1150-1156.
90. Reis A, Pelizzaro A, Dal-Bianco K, Gomes OM, Patzlaf R, Loguercio AD. Impact of adhesive application on wet and dry long-term resin dentinbond strengths. *Oper Dent.* 2007; 32:382-389.

91. Perdigão J, Carmo AR, Geraldelli S. Eighteen-month clinical evaluation of two dentin adhesive applied on dry vs moist dentin. *J Adhes Dent.* 2005; 7:253-8.
92. Rueggeberg FA, Margeson DH. The effect of oxygen inhibition on an unfilled/filled composite system. *J Dent Res.* 1990; 69:1652-8.
93. Velásquez LM, Sergent RS, Burgess JO, Mercante DE. Effect of placement agitation and placement time on the shear bond strength of 3 self-etching adhesives. *Oper Dent.* 2006; 31:426-30.
94. Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mena-Serrano A, Reis A. Effect of 3-year water storage on the performance of one-step self-etch adhesives applied actively on dentine. *J Dent.* 2011; 39:578-87.
95. Reis A, Pelizzaro A, Dal-Bianco K, Gomes OM, Patzlaf R, Loguercio AD. Impact of adhesive application on wet and dry long-term resin dentin bond strengths. *Oper Dent.* 2007; 32: 382-89.
96. Reis A, Loguercio AD. A 36-month clinical evaluation of ethanol/water and acetone-based etch-and-rinse adhesives in non-carious cervical lesions. *Oper Dent.* 2009; 34:384-91.
97. Miyasaki M, Onose H, Moore BK. Analysis of the dentin-resin interface by use of laser Raman spectroscopy. *Dent Mater.* 2002; 18:576-80.
98. Wang Y, Spencer P. Hybridization efficiency of the adhesive – dentin interface with wet bonding. *J Dent Res.* 2003; 82:141-45.
99. Cho B, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solutions dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater.* 2004; 20:107-15.
100. 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; 11:213-19.
101. Pashley DH, Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM, Ito S. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging. *J Dent.* 2004; 83:216-21.
102. Hebling J, Pashley DH, Tjaderhane L, Tay FR. Chlorhexidine arrests subclinical degradation of dentin hybrid layer in vivo. *J Dent Res.* 2005; 84:741-46.
103. Brackett WW, Tay FR, Brackett MG, Dib A, Sword RJ, Pashley DH. The effect of chlorhexidine on dentin hybrid layers in vivo. *Oper Dent.* 2007; 32:107-111.
104. Carrilho MR, Geraldelli S, Tay F, Goes MF, Carvalho RM, Tjaderhane L, Reis AF, Hebling J, Mazzoni A, Breschi L, Pashley D. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res.* 2007; 86:529-33.

# ANEXOS

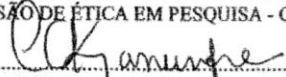


PARECER Nº 25/2007  
Protocolo: 05119/07

Em reunião ordinária realizada nesta data, a Comissão de Ética em Pesquisa, APROVOU o protocolo de pesquisa intitulado "Efeito da aplicação ultrassônica e da umidade dentinária nos valores de resistência de união de sistemas adesivos convencionais de dois passos" de responsabilidade da Pesquisadora Christiana Zander Grande e de sua orientada a Pesquisadora Alessandra Reis.

Ponta Grossa, 28 de junho de 2007.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA  
COMISSÃO DE ÉTICA EM PESQUISA - COEP

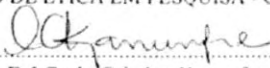
  
Prof. Dr.ª Carla Cristine Kanunfre  
Coordenadora

PARECER Nº 13/2007  
Protocolo: 6291/06

Em reunião ordinária realizada nesta data, a Comissão de Ética em Pesquisa, **APROVOU** o protocolo de pesquisa intitulado: "Análise in vivo e in vitro do efeito de diferentes formas de aplicação de sistemas adesivos autocondicionantes" de responsabilidade do Pesquisador Alessandro Dourado Loguercio.

Ponta Grossa, 12 de abril de 2007.

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE PONTA GROSSA  
COMISSÃO DE ÉTICA EM PESQUISA - COEP

  
Prof. Dr.ª Carla Cristine Kanunfre  
Coordenadora

**Assunto:** 12-286-CR Manuscript Incomplete  
**De:** editor@jopdent.org (editor@jopdent.org)  
**Para:** reis\_ale@hotmail.com;  
**Cc:** christianagrande@yahoo.com.br; robertojba@yahoo.com.br; aloguercio@hotmail.com; alelog@uepg.br;  
**Data:** Quinta-feira, 18 de Outubro de 2012 22:05

Dear Dr. Reis,

Your manuscript "Clinical performance of one-step self-etch adhesives applied actively in cervical lesions: 24-month clinical trial" has been tentatively accepted for publication. Before full acceptance can be given the following incomplete items must be addressed.

The figures submitted do not meet requirements; they are too small. Please see the figure requirements listed under the signature block and email me the corrected images. Please include as your subject line "Corrected images for Manuscript XX-XXX" where the X's are your manuscript number, doing this will greatly speed up the acceptance process.

Figures needing correction: Figures 1-3

We are also still in need of your Copyright Agreement form. I have included the link to go to in order to receive a pre-filled form. The signed form can be returned to us electronically for fastest compliance.

**Copyright Link:** <http://jopdent.allentrack.net/cgi-bin/main.plex?el=A2DR7BBT6B7Dy5G6E9LBA0kCVTZQoPI4C29F08HwZ>

**Manuscript Link:** <http://jopdent.allentrack.net/cgi-bin/main.plex?el=A7DR7BBT1B6Dy1F1A9LBA0kCVTZQoPI4C29F08HwZ>

If you have any questions, feel free to contact me at any time.

Sincerely,

Kevin Matis  
Editorial Assistant  
Director of Continuing Education  
Operative Dentistry, Inc.  
Fax: USA +1 317 852-3162  
Email: editor@jopdent.org

Figure Requirements for Operative Dentistry:

ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES must be provided as TIFF or JPEG files with the following parameters

- line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.
- gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5" x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
- color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
- color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and have a resolution of 300 dpi.

# APÊNDICES



## CLASSIFICAÇÃO DAS LESÕES

### Estudo Clínico adesivo (2006-2008)

Roberto César do Amaral

Identidade do \_\_\_\_\_ Nome do Paciente: \_\_\_\_\_  
 Operador \_\_\_\_\_  
 Data da colocação: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ RG do Paciente \_\_\_\_\_  
 Data da avaliação: \_\_\_\_/\_\_\_\_/\_\_\_\_ Prontuário no. \_\_\_\_\_  
 Período de avaliação: B 6m 12m 18m Rolo de Filme #/Exposição #: \_\_\_\_/\_\_\_\_  
 24m  
 Material/Grupo: \_\_\_\_/\_\_\_\_ Lote # (Rest): \_\_\_\_\_  
 Restauração #: Cor: \_\_\_\_\_ Lote \_\_\_\_\_  
 Dente#: \_\_\_\_\_

Classificação da Avaliação Direta:	Avaliador 1: Iniciais: _____	Avaliador 2: Iniciais: _____	Consenso:
Estabilidade de cor:	A B C	A B C	A B C
Descoloração Marginal:	A B C	A B C	A B C
Cáries Secundárias:	A C	A C	A C
Adaptação Marginal:	A B C	A B C	A B C
Textura Superficial:	A B C	A B C	A B C
Sensibilidade Pós-op.(Questionada):	A C	A C	A C
Sensibilidade Pós-op. (Ar):	A C	A C	A C
Retenção:	A B C	A B C	A B C
Fratura:	A B C	A B C	A B C
Outra falha (Descreva):	A C	A C	A C

Comentários:

Geom: En. Marg: A: L: P: Evid de estresse oclusal: Não Sim  
 <45° Nenhum 1.5 1.5 1.5 **Escala de esclerose:** 1 2 3 4  
 45-90° <25% 2.0 2.0 2.0 Condição Gengival WNL Sim Não  
 90-135° 25-50% 2.5 2.5 2.5 Se não, descreva: \_\_\_\_\_  
 >135° 3.0 3.0 3.0

Avaliadores:

## TERMO DE CONSENTIMENTO LIVRE E ESCLARECIDO

### NOME DO ESTUDO

Universidade Estadual de Ponta Grossa (UEPG)  
Doutorado em Odontologia – Área de Concentração Dentística Restauradora

**Você está sendo convidado(a) a participar de um projeto de pesquisa que está sendo feito com a aprovação da UEPG. As informações seguintes têm por objetivo lhe dar condições para que você tome a decisão de participar deste estudo conscientemente.**

1. Este estudo irá avaliar a durabilidade de restaurações de resina composta (da cor do dente) em seus dentes com a utilização de quatro diferentes adesivos para “colar” a resina ao dente. Todos os materiais estão liberados para uso na Odontologia.
  2. Suas consultas para tratamento demorarão aproximadamente 1 a 2 horas (cada três dentes) e o tempo total dependerá do número de restaurações que necessitarem serem restauradas. Após 6, 12, 18 e 24 meses do seu tratamento, ou melhor, da colocação de sua(s) restauração(ões) você será chamado(a) para um novo exame. Cada consulta para reavaliação demorará aproximadamente 15 a 30 minutos. Não haverá nenhum custo para você por estas consultas de confecção da(s) restauração(ões) e por estas consultas de reavaliação.
  3. Se seu(s) dente(s) se tornar(em) sensível(is) e necessite(m) outros tratamentos dentais, a restauração será refeita, sem custos (serão cobertos pelo estudo).
  4. Você será diretamente beneficiado(a) por participar deste estudo pelo fato de ter as restaurações feitas. Se você retornar em suas consultas de reavaliação, as restaurações serão feitas sem custo algum. É importante documentar o comportamento clínico de restaurações com estas variações, pois este pode ter um rendimento melhor que os outros tipos de restaurações utilizadas até hoje pelos dentistas. Se isto ocorrer, as restaurações durarão mais tempo, e os dentes tratados com esta nova técnica demorarão mais tempo para serem retratados, ou melhor, para trocar as restaurações. Se reduzirmos os retratamentos de um dente, aumentaremos o tempo de vida do mesmo.
  5. As outras opções de tratamento para o seu(s) dente(s) é utilizar outros materiais restauradores menos estéticos ou deixar a lesão sem tratamento.
  6. Todas as anotações relativas ao seu dente e à sua pessoa serão mantidas confidenciais. Você não será identificado(a) em nenhum relatório ou publicação.
  7. Restaurações que não cumprirem com os requisitos dentro dos 18 meses deste estudo serão refeitas sem custo algum. Todos os esforços serão feitos no intuito de corrigir tais consequências.
  8. Você pode sair deste projeto de pesquisa a qualquer hora. A saída não afetará sua oportunidade de obter tratamento na Faculdade de Odontologia ou qualquer outro benefício que você possa receber.
  9. Questões sobre o projeto e sua participação nele devem ser respondidas pela Dra. Christiana Zander Grande (Telefone: 0XX42 – 99119791 ou 0XX42 – 32247082).
- Este projeto está em processo de aprovação pelo Comitê de Ética em Pesquisa da UEPG. Se você tiver qualquer dúvida, poderá contatar o Comitê de Ética em Pesquisa da UEPG pelo telefone 0XX42 - 32203108. Tendo lido esta declaração, Eu concordo em participar deste projeto de pesquisa clínica na UEPG.

\_\_\_\_\_  
Assinatura do Paciente

\_\_\_\_\_  
Data

\_\_\_\_\_  
Assinatura do Pesquisador

\_\_\_\_\_  
Data