



UNIVERSIDADE FEDERAL DE SANTA CATARINA
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

José Paulo Barbosa Soares

**EFEITO DO TIPO DE SOLVENTE DOS ADESIVOS UNIVERSAIS E A
APLICAÇÃO DE UMA CAMADA EXTRA DE ADESIVO HIDROFÓBICO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO AO ESMALTE**

Florianópolis

2021

José Paulo Barbosa

**EFEITO DO TIPO DE SOLVENTE DOS ADESIVOS UNIVERSAIS E A
APLICAÇÃO DE UMA CAMADA EXTRA DE ADESIVO HIDROFÓBICO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO A O ESMALTE**

Dissertação submetida ao Programa de Pós Graduação
em Odontologia da Universidade Federal de Santa
Catarina para a obtenção do Título de Mestre em
Odontologia, área de concentração Clínica Odontológica
Orientador: Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes
Coorientador: Prof.^a Dr. Sylvio Monteiro Junior
Coorientador: Prof.^a Dr. Jorge Perdigão

Florianópolis

2021

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Soares, José Paulo Barbosa

Efeito do tipo de solvente dos adesivos universais e a aplicação de uma camada extra de adesivo hidrofóbico na resistência de união ao esmalte / José Paulo Barbosa Soares ; orientador, Guilherme Carpena Lopes, coorientador, Sylvio Monteiro Junior, 2021.

44 p.

Dissertação (mestrado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde, Programa de Pós Graduação em Odontologia, Florianópolis, 2021.

Inclui referências.

1. Odontologia. 2. Odontologia. 3. Adesão. 4. solvente. 5. esmalte. I. Carpena Lopes, Guilherme . II. Monteiro Junior, Sylvio . III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

**EFEITO DO TIPO DE SOLVENTE DOS ADESIVOS UNIVERSAIS E A
APLICAÇÃO DE UMA CAMADA EXTRA DE ADESIVO HIDROFÓBICO NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO A O ESMALTE**

O presente trabalho em nível de mestrado foi avaliado e aprovado por banca examinadora composta pelos seguintes membros:

Prof. Guilherme Carpena Lopes, Dr.
Universidade Federal de Santa
Catarina

Prof^a, Sheila Cristina Stolf, Dr.^a
Universidade Federal de Santa Catarina

Prof^a, Betsy Kilian Martins Luiz, Dr.^a
Universidade do Vale do Itajaí

Certificamos que esta é a **versão original e final** do trabalho de conclusão que foi julgado adequado para obtenção do título de “Mestre em Odontologia”, área de concentração Clínica Odontológica.

Prof.^a Dr.^a Mariane Cardoso Carvalho
Coordenadora do Programa de Pós Graduação em Odontologia

Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes
Orientador

Florianópolis, 2021

**“É preciso ter esperança,
mas ter esperança do verbo esperar,
porque tem gente que tem esperança
do verbo esperar. E esperança
do verbo esperar não é
esperança, é espera”**

Paulo Freire

AGRADECIMENTOS

Aos meus pais *Adriano e Rosilene*, por sempre estar ao meu lado e me apoiando sempre. Por me proporcionar uma educação de qualidade e exemplo familiar. Sou muito grato a tudo que fizeram e fazem por mim, espero um dia poder retribuí-los.

À minha avó materna *Elzy* e avó paterna *Ivacy*, obrigado por todo amor, afeto, carinho, incentivo na minha formação.

À minha irmã, *Ticiane*, sendo mais que uma irmã e sempre me estimulando a dar meu melhor. Por ter me dado o maior presente de todos, minha afilhada que eu amo muito.

A todos os meus familiares, em especial às minhas madrinhas *Mere e Rose*, minha tia *Nina* e minha prima *Josy*.

Aos meus amigos, que estão sempre comigo me apoiando em todas as situações: *Lucca, Duda, Andressa, Paola, Gelson, Luana, Lucas, Laura, Marina, Letícia, Douglas e Gabrielle*. Em especial ao *Christian*, que se tornou muito especial e importante na minha vida principalmente nessa reta final da dissertação.

Às minhas *roommates Ana Carolina, Laís e Vanessa*: foi muito bom poder dividir uma vida com vocês, todas se tornaram minha família em Florianópolis e sempre vou desejar o melhor para vocês.

Aos meus amigos e colegas de mestrado e doutorado em Dentística, em especial: *Roberta, Luan, Djamilly, Bruna C, Joana, Fábio, Sandyla, Paulo, Marília, Vitor, Alana, Renata, Maynara, Gabrielle, Ariadiny, Bruna M, Valéria*. Obrigado pela amizade durante esses anos de pós-graduação, por estarem sempre disposto a se ajudar e aprender juntos.

Em especial aos colegas que entraram junto no mestrado, *Roberta Pereira, Luan Trevizan e Djamilly Biz*, por todo apoio e laços de afetos que criamos juntos. Agradeço por todo aprendizado que tivemos juntos e troca de experiências.

À amiga mais que especial da pós-graduação, *Bruna Chrispim* obrigado por estar sempre ao meu lado e muito dessa dissertação tem a sua ajuda. Obrigado por ser essa amiga ímpar, de coração único, muito bom poder compartilhar de muitos momentos ao seu lado, aprendi muito com você e sei que essa amizade não se limita apenas a pósgraduação.

Aos amigos que fiz durante a pós-graduação, em especial: *Tarla Oliveira, Gabriela Sabatini, Lara Back, Luiza Matos, Pablo Silveira, Filipe Vitali, Mariá Pacheco, Helena Polmann, Jessica Conti Réus*.

Ao meu orientador, professor Dr. **Guilherme Carpena Lopes**, por ser esse professor e pesquisador incrível. Muito grato por ser seu orientando, aprendi muito com seus ensinamentos e sempre buscando e exigindo o melhor de mim. Em toda minha futura trajetória de vida, sempre vou levar um pouco do senhor seja como professor, pesquisador e amigo. Muito obrigado!

Ao meu co-orientado professor Dr. **Sylvio Monteiro Júnior**, desde a minha graduação eu já tinha uma admiração enorme mesmo sem conhecer pessoalmente. Nunca pensei que poderia conhecer o senhor e tornamos amigos, obrigado por todos os ensinamentos como professor e como amigo. Agradeço por confiar no meu potencial e sempre me incentivando a dar o melhor. Foi muito gratificante poder ter o senhor durante esses anos na pós-graduação, muito obrigado.

Ao meu também co-orientador professor Dr. **Jorge Perdigão**, por toda experiência e ensinamento me passado, contribuição para pesquisa, minha admiração pelo senhor cada vez é maior. Muito obrigado!

Às professoras Dra. **Renata Gondo Machado**, Dra **Jussara Karina Bernardon**, Dra. **Sheila Cristina Stolf Cupani**, Dra. **Carolina da Luz Baratieri**, e Dra. **Beatriz Barros** obrigado por sempre estarem a disposição e ajudando todos os alunos. Muito obrigado por todas as conversas, ensinamento e conselhos. Espero um dia poder ser um professor e pesquisador como todas vocês.

A todos meus professores da graduação sempre se dedicando e dando seu melhor para minha formação, em especial os professores: Ma. **Sinara Gazola**, Ma. **Morgana Francisco Machado Guzzatti**, Ma. **Anarela Bernadi Vassen**, Ma. **Christine Nagel Backes**, Ma. **Camila Gonçalves Savi** e Me. **Luiz Fernando D'altoé**.

Ao **Sr. Lauro**, responsável técnico pelo laboratório de pesquisa. Obrigada por estar sempre disposto a nos ajudar.

Aos **alunos da disciplina de Dentística Pré-Clínica** dos semestres, 2018.2 e 2019.1 e 2019.2. Aos **alunos das disciplinas de Materiais Odontológicos I**, dos semestres 2019.1 e 2019.2 e **clínica III** dos semestres 2018.2, 2019.1. e 2019.2; muito bom poder ensinar e principalmente aprender com todos vocês.

À **Universidade Federal de Santa Catarina** e ao **Programa de Pós-Graduação em Odontologia** por me oportunizar realizar o sonho de fazer uma pós graduação.

À *Universidade do Extremo Sul Catarinense*, por me proporcionar a melhor formação como graduando, tenho muito orgulho de onde me formei e serei muito grato a todos que de uma certa forma contribuíram.

À *Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior - CAPES*, pelo apoio financeiro cedido.

Agradeço a todos que de uma certa forma contribuíram nessa caminhada, por todo apoio e carinho, muito obrigado!

RESUMO

Objetivo deste estudo foi comparar o efeito de diferentes solventes de adesivos universais e a aplicação de uma camada extra de adesivo hidrofóbico na resistência de união (RU) ao esmalte, no período de 24h e 6 meses. Foram selecionados 224 coroas de incisivos bovinos e distribuídos em 3 adesivos universais (AUs) com diferentes solventes (n = 32): (1) AU à base de etanol (ADU, AdheSE Universal, Ivoclar Vivadent); (2) AU à base de isopropanol (PBU, Prime & Bond Universal, Dentsply); e, (3) AU à base de acetona (OPT, OptiBond Universal, Kerr Co.). Os mesmos AUs foram subdivididos e foi aplicada uma camada extra de adesivo hidrofóbico, que não contém solvente (HEL, Heliobond, Ivoclar Vivadent). HEL sozinho foi usado como controle. O esmalte foi condicionado com ácido fosfórico a 37,5% (Kerr Gel Etchant, Kerr Co.) por 15 segundos, enxaguado com água e seco ao ar. Os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. Após a aplicação do adesivo, foram confeccionados cilindros de resina composta (Filtek Z250, 3M Oral Care) utilizando um molde Ultradent. Os espécimes foram armazenados em água por 24 horas (24H) e 6 meses (6M). Uma haste metálica com gume em faca (entalhe semi-circular de 2,8 mm) carregou os cilindros até a fratura. O modo de falha foi analisado com microscopia óptica (40x). A estatística incluiu ANOVA de duas vias ("estratégia adesiva" e "armazenamento de água") e teste *post-hoc* de Tukey HSD ($\alpha = 95\%$). Os resultados de média de RU ao esmalte variaram de 3,6 ($\pm 2,2$) MPa (HEL/6M) a 24,7 ($\pm 7,1$) MPa (ADU/HEL/6M). O teste ANOVA revelou diferenças estatísticas para 'estratégia adesiva' ($p \leq 0,001$), e não observou diferenças estatísticas para 'armazenamento de água' ($p > 0,05$). Todos os AUs resultaram em média de RU ao esmalte semelhante com ou sem aplicação da camada extra de HEL após 6 meses armazenamento. Todos os AUs resultaram em média de RU superior ao HEL (grupo controle). Para todos os grupos, a maioria das falhas foi adesiva, com exceção de PBU/HEL/6M que apresentou a maioria de falhas mistas. Concluiu-se que todos os AUs resultaram em RU ao esmalte maior do que o adesivo hidrofóbico (sem solvente) independentemente do solvente em sua composição. Aplicação de uma camada extra de adesivo hidrofóbico sobre AUs é dispensável para AUs à base de isopropanol e acetona, mas aumenta a RU do AU à base de etanol após 6 meses. Unir resina composta ao esmalte condicionado usando apenas o adesivo hidrofóbico não é recomendado.

Palavras-chave: adesivo dentinário, esmalte dentário, falha de restauração dentária

ABSTRACT

The objective of this study was to compare the effect of solvent in universal adhesives and the application of a hydrophobic resin coat on enamel shear bond strengths (SBS). Crowns of 224 bovine incisors were embedded in acrylic resin, wet-polished up to 600-grit SiC paper and assigned to three universal adhesives (UAs) with different solvents (n=32): (1) Ethanol-based UA (ADU, AdheSE Universal, Ivoclar Vivadent); (2) Isopropanol-based UA (PBU, Prime&Bond Universal, Dentsply); and (3) Acetone-based UA (OPT, OptiBond Universal, Kerr Co.). The same UAs were applied with an extra coat of a non-solvated hydrophobic resin (HEL, Heliobond, Ivoclar Vivadent). HEL alone was used as control. Enamel was etched with 37.5% phosphoric acid (Kerr Gel Etchant, Kerr Co.) for 15 sec, rinsed with water and air-dried. The adhesives were applied according to the respective manufacturer instruction. The specimens were positioned onto the Ultradent Bonding Assembly (Ultradent Products Inc.). After adhesive application, composite cylinders (Filtek Z250, 3M Oral Care) were built-up using the Ultradent mold. Composite was light cured (40 sec/increment, 40J/cm²) keeping the light tip in contact with the mold. Specimens were stored in water for 24 hours (24H) or 6 months (6M). A knife-edged metallic rod ($\varnothing=2.8$ mm semi-circular notch) loaded the composite cylinders until fracture. Mode of failure was analyzed with optical microscopy (40X). Statistics included two-way ANOVA ('adhesive strategy' and 'water storage') and Tukey HSD *post-hoc* test ($\alpha=95\%$). The mean enamel SBS ranged from 3.6 (± 2.2) MPa (HEL/6M) to 24.7 (± 7.1) MPa (ADU/HEL/6M). ANOVA revealed significant differences for 'adhesive strategy' ($p\leq 0.001$), but no significant differences for 'water storage' ($p>0.05$). All UAs resulted in similar mean enamel SBS with or without an extra coat of HEL after 6 months\ water storages. All UAs resulted in higher mean SBS than HEL (control). For all groups, most of failures were adhesive, except for PBU/HEL/6M that had mostly mixed failures. It was concluded all UAs resulted in statistically higher enamel SBS than the no solvated hydrophobic resin, regardless of the solvent in their composition. Application of an extra coat of hydrophobic resin over UAs is unnecessary for isopropanol- and acetone-based UAs but improved the mean SBS of the ethanol based UA after 6M. Composite bonding to enamel using a hydrophobic resin is not recommended.

Keywords: Dentin adhesives, enamel, restoration failure.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Materiais utilizados na pesquisa -----	19
Figura 2- Desenho experimental-----	20
Figura 3- Protocolo adesivo sem camada extra de adesivo hidrofóbico-----	23
Figura 4- Protocolo adesivo com camada extra de adesivo hidrofóbico-----	24
Figura 5- Protocolo restaurador-----	25
Figura 6- Teste de resistência de união por cisalhamento-----	25
Figura 7- Padrão de falha-----	28

LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Materiais utilizado na pesquisa -----	21
Tabela 2- Média de RU ao esmalte (MPa \pm DP) por grupos após 24H e 6M de armazenamento em água-----	27-28
Tabela 3- Modo de falha (%) por grupos após 24H e 6M de armazenamento em água-----	28

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

10-MDP- 10-metacrililoxi-decil-di-hidrogenofosfato

AU- Adesivo universal

AA- Adesivo autocondicionante

DP- Desvio padrão

HAp- hidroxiapatita

TEM- microscopia eletrônica de transmissão

HEMA- 2-hidroxietilmetacrilato

GC- Grau de conversão

mm- Milímetro

RU- Resistência de união

SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO	15
1.1	OBJETIVOS	18
1.1.1	Objetivo Geral	18
1.1.2	Objetivos Específicos	18
2	MATERIAIS E MÉTODOS.....	19
2.1	Materiais.....	19
2.2	Desenho experimental	20
2.3	Cálculo amostral.....	21
2.4	Distribuição dos grupos experimentais	21
2.5	Resistência de união ao esmalte por cisalhamento	22
2.6	Modo de falha	26
2.7	Análise estatística	26
3	RESULTADOS.....	27
4	DISCUSSÃO	29
5	CONCLUSÕES	36

1 INTRODUÇÃO

O objetivo final de uma restauração é vedar a dentina e o espaço pulpar da cavidade oral. Para atingir este objetivo, a magnitude da ligação entre o esmalte ou dentina e a resina composta deve ser mais forte do que o estresse de polimerização induzido nas margens do preparo. Para os adesivos clássicos, estima-se que a resistência de união da dentina em média é de 17 MPa à 20 MPa, no qual é necessário para resistir às tensões de contração de polimerização e atingir as margens de restauração sem falhas (MUNKSGAARD *et al.*, 1985 e DAVIDSON *et al.*, 1984). Caso contrário, as lacunas podem se formar na interface dente-material restaurador e levar ao manchamento marginal e aumento do risco de sensibilidade pós-operatória e/ou lesões recorrentes de cárie.

O condicionamento do esmalte com ácido fosfórico em adesivos de condicionamento ácido total resulta em melhor vedação marginal nos testes *in vivo* e *in vitro* em comparação com os adesivos autocondicionantes (PERDIGÃO *et al.*, 2009; PERDIGÃO *et al.*, 2009; OPDAM *et al.*, 1998). O condicionamento do esmalte antes da aplicação dos adesivos é comum, especialmente quando a restauração depende principalmente da adesão ao esmalte (MIGUEZ *et al.*, 2003).

O desenvolvimento de adesivos autocondicionantes simplificou o procedimento restaurador, pois reduziu o tempo de aplicação clínica (PERDIGÃO, 2010; VAN MEERBEEK *et al.*, 2003). Uma tendência contemporânea da adesão dental é os sistemas adesivos podem ser aplicados conforme a necessidade clínica, tanto no modo de autocondicionamento quanto no uso condicionamento de ácido fosfórico previamente (PERDIGÃO e SWIFT, 2015).

Com essa ideia surgiu o conceito de adesivos universais (AU) (PERDIGÃO e SWIFT, 2015). Essa versatilidade oferece ao Cirurgião-Dentista a possibilidade de selecionar de usar ou não usar o condicionamento ácido fosfórico para uma situação clínica. No entanto, estudos laboratoriais e clínicos demonstraram que os adesivos universais são mais eficazes quando o condicionamento seletivo no esmalte é realizado (ROSA *et al.*, 2010; NAGARKAR *et al.*, 2019; TAKEDA *et al.*, 2019)

A maioria dos AU contém monômero de carboxilato e/ou fosfato em sua composição que se liga ionicamente ao cálcio na hidroxiapatita (YOSHIDA *et al.*, 2001; YOSHIDA *et al.*, 2012; YOSHIHARA *et al.*, 2013). A inclusão do monômero de 10-metacrililoxi-decil-di-hidrogenofosfato (10-MDP) potencializa a adesão através da ligação química à hidroxiapatita

(HAp) tanto no esmalte quanto dentina, formando sais de cálcio hidroliticamente estáveis na forma nanocamada (YOSHIHARA *et al.*, 2010; HANABUSA *et al.*, 2012). Estruturas da nanocamada foram identificadas por imagem através de microscopia eletrônica de transmissão (TEM), a qual demonstrou que a nanocamada é formada por duas moléculas de 10 MDP, nas quais o grupo metacrilato está voltado para outro metacrilato e o grupo de fosfato de hidrogênio, distante um do outro e onde está reagindo com HAp (YOSHIHARA *et al.*, 2010; YOSHIHARA *et al.*, 2011; YOSHIHARA *et al.*, 2013).

Entretanto, alguns estudos demonstraram que a formação da nanocamada pode não ocorrer em toda estrutura dentinária devido à interação química com monômero (hidrofílico) 2-hidroxietilmetacrilato (HEMA), que é um dos compostos de muitos AUs (YOSHIDA *et al.*, 2012; TIAN *et al.*, 2016;) Outro fator que pode influenciar na formação da nanocamada e a presença de acetona na composição, o que pode influenciar através da alteração da polaridade do solvente e posteriormente, o efeito hidrofóbico da molécula de 10-MDP na solução (MICHOR E BERG, 2010).

Os AUs podem ser utilizados tanto em dentina quanto esmalte, porém estudos demonstram que o monômero 10-MDP tem menor reação efetiva com esmalte, sendo assim uma menor força de adesão quando comparada à dentina. Isso ocorre devido à estrutura dos cristais de hidroxiapatita no esmalte, que é mais regular e orientada paralelamente dificultando uma maior reatividade com monômero 10-MDP (YOSHIHARA *et al.*, 2010; YOSHIHARA *et al.*, 2011). Uma alternativa para melhorar a reatividade do monômero no esmalte consiste da etapa de condicionamento com ácido fosfórico antes da aplicação do adesivo, já que a aplicação acarreta a remoção da lama dentinária e dissolve parcialmente a HAp criando micro-retenções (ERICKSON *et al.*, 2009; YOSHIHARA *et al.*, 2011;)

Os AUs apresentam em sua formulação monômeros, diluentes, sistemas hidrofílicos, água e fotoiniciadores. Todos esses componentes estão em uma única solução de um frasco, utilizando geralmente etanol ou acetona como solvente orgânico da solução (VAN LANDUYT *et al.*, 2007; VAN MEERBEEK *et al.*, 2011). Os solventes presentes facilitam a difusão e a molhabilidade dos monômeros presentes nos adesivos na superfície dental (KANCA, 1998; VAN LANDUYT *et al.*, 2007). Além disso, permitem a eliminação da água presente entre as fibras de colágeno por desidratação química, promovendo a infiltração de monômeros resinosos na superfície dental (PERDIGÃO, FRANKERBERGER, 2011). Entretanto, é altamente recomendável a evaporação do solvente antes da etapa de

fotopolimerização, pois o solvente restante pode afetar negativamente a polimerização da camada adesiva e um baixo grau de conversão (GC) (LOGUERCIO *et al.*, 2009). A infiltração de monômeros em substratos desmineralizados e a obtenção de um alto grau de conversão (GC) são fatores que influenciam a ligação dentinária (REIS *et al.*, 2004). A volatilização do solvente pode facilitar a reação de polimerização, pois a distância entre monômeros é reduzida, aumentando o GC (NUNES *et al.*, 2006).

A remoção da água residual após a aplicação dos adesivos universais é uma tarefa difícil, não inatingível, principalmente considerando o curto tempo de evaporação do solvente recomendado pelos respectivos fabricantes. Muitos estudos demonstraram que a resistência da união à dentina aumenta com um tempo prolongado de evaporação do solvente (LUQUEMARTINEZ *et al.*, 2014; FU *et al.*, 2017; SAIKAEW *et al.*, 2019). Uma alternativa clínica é aplicação de uma camada extra de adesivo hidrofóbico sobre a camada de adesivo hidrofílico previamente polimerizado (REIS, *et al.* 2008; ALBUQUERQUE *et al.*, 2008; PERDIGÃO *et al.*, 2014; MUÑOZ *et al.*, 2014). O uso da camada adicional tem como função aumentar a espessura e uniformidade da camada adesiva, assim reduzir o fluxo de água na interface adesiva (ALBUQUERQUE *et al.*, 2008; 2014; MUÑOZ *et al.*, 2014).

Como todo AU contém água na sua composição pode interferir na adesão ao esmalte, o uso de um agente de união hidrofóbico, para situações em que a união à dentina não está envolvida. Portanto, as hipóteses nulas testadas são: (1) o uso de AUs para adesão ao esmalte condicionado não compromete a resistência de união após 24 horas (24H) e 6 meses (6M) usando um adesivo hidrofóbico como controle de referência; (2) aplicação adicional de um adesivo hidrofóbico sobre o AU não influencia as resistências de união ao esmalte após 24H e 6M; e, (3) o tipo de solvente no AU não influencia as resistências de união ao esmalte após 24H e 6M.

1.1 OBJETIVOS

1.1.1 Objetivo Geral

Avaliar a resistência de união ao esmalte de adesivos universais com tipos de solventes diferentes e com uma camada extra de adesivo hidrofóbico.

1.1.2 Objetivos Específicos

Avaliar a resistência de união ao esmalte dos adesivos universais com diferentes solventes em 24 horas e 6 meses.

Avaliar a resistência de união ao esmalte dos adesivos universais com diferentes solventes com uma camada extra de adesivo hidrofóbico em 24 horas e 6 meses.

Avaliar o modo de falha após o teste.

2 MATERIAIS E MÉTODOS

2.1 Materiais

Tabela 1: Materiais utilizado na pesquisa

Nome comercial Fabricante	Lote	Composição	Instruções do fabricante
Heliobond Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	X48463	Bis-GMA, dimetacrilato de trietilenoglicol	1- Uma fina camada adesiva aplicada sobre adesivo já polimerizado. 2 - O adesivo será fotopolimerizado por 10 seg.
AdheSE Universal Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein	CD0011	HEMA, MDP, Bis-GMA, MCAP, D3MA, etanol, água, altamente dióxido de silício disperso, e canforquinona	1 - O adesivo foi aplicado e esfregado na superfície do dente por pelo menos 20 seg. 2- A camada adesiva foi seca primeiro com ar suave e depois com ar médio por pelo menos 5 segundos com ar livre de óleo. 3- A camada adesiva foi fotopolimerizada por 10 seg.
Prime & Bond universal Dentsply DeTrey GmbH, Konstanz, Alemanha	19010007 79	MDP, Acrilato multifuncional, Acrilato bifuncional, isopropanol, água, iniciador, estabilizador	1 - O adesivo foi aplicado e esfregado na superfície do dente por pelo menos 20 seg. 2- A camada adesiva foi seca primeiro com ar suave e depois com ar médio por pelo menos 5 segundos com ar livre de óleo. 3- A camada adesiva foi fotopolimerizada por 10 seg.
OptiBond Universal Kerr Co., Orange, CA, EUA	6920785	Acetona, etanol, metacrilato de 2-hidroxi-etil, dimetacrilato de fosfato de glicerol, dimetacrilato de glicerol	1 - O adesivo foi aplicado e esfregado na superfície do dente por pelo menos 20 seg. 2- A camada adesiva foi seca primeiro com ar suave e depois com ar médio por pelo menos 5 segundos com ar livre de óleo. 3- A camada adesiva foi fotopolimerizada por 10 seg.
Filtek Z250 3M Oral Care, St Paul, MN, EUA	NA35877	60% de Cargas, metacrilato de bisfenol-glicidil, dimetacrilato de uretano, dimetacrilato de bisfenol-A etoxilado e dimetacrilato de bisfenol-A etoxilado	Resina Composta foi fotopolimerizada por 40 seg.

Fonte: SDS dos materiais

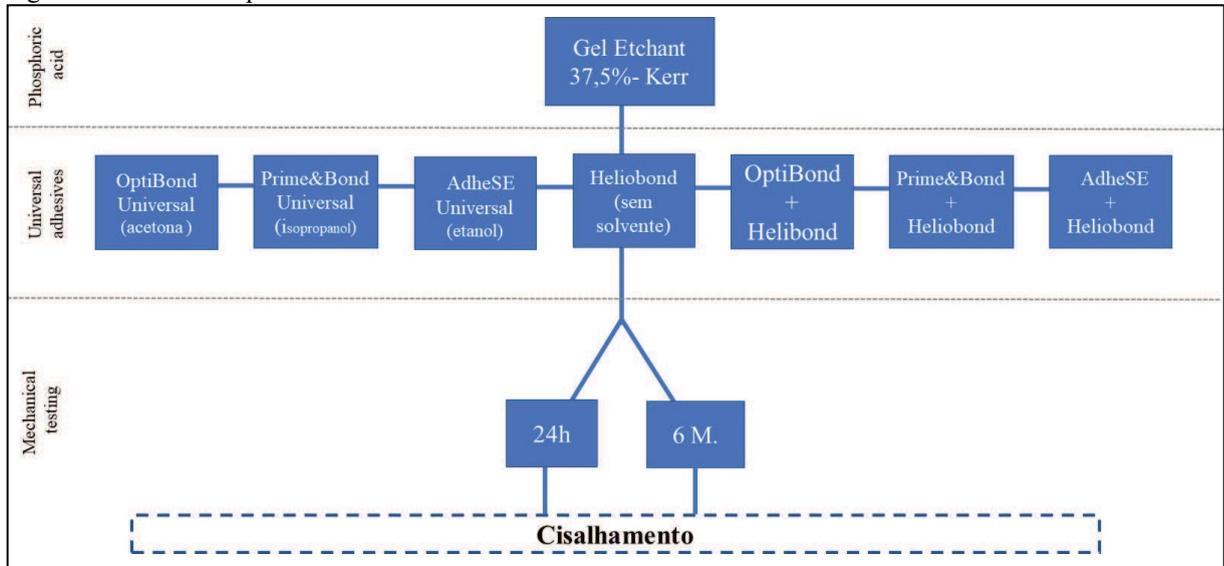
2.2 Desenho experimental

Três adesivos universais (AU) com diferentes solventes e um adesivo hidrofóbico (AH) foram utilizados no estudo (Figura 1): (1) AU à base de isopropanol (PBU, Prime & Bond Universal, Dentsply); (2) AU à base de acetona (OPT, OptiBond Universal, Kerr Co.); (3) AU à base de etanol (AdheSE Universal, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein); e, (4) AH sem solvente/controlado (Heliobond, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein). Para o condicionamento do esmalte foi utilizado o gel ácido fosfórico 37,5% (Kerr Gel Etchant 37.5% (Kerr Co., Orange, CA, EUA). Estratégia adesiva utilizada foi a sugerido pelo fabricante (Tabela 1) com secagem ao ar comprimido, a uma distância de aproximadamente 2,0 cm. O ar comprimido com um filtro de água e óleo permaneceu estável, com a pressão de 50 psi (aproximadamente 0,35 MPa) durante as etapas de secagem ao ar (NAGURA *et al.*, 2018). A temperatura ambiente de 20°C e a umidade atmosférica de 60% foram monitoradas. A figura 2 demonstra a delineamento do estudo e os grupos experimentais para cada (Figura 2).

Figura 1 (a à e) - Materiais utilizados na pesquisa: a - Prime & Bond Universal, Dentsply; b - OptiBond Universal, Kerr Co; c - AdheSE Universal, Ivoclar Vivadent; d - Heliobond, Ivoclar Vivadent; e - ácido fosfórico Kerr Gel Etchant 37.5%, Kerr Co.



Figura 2 – Desenho experimental do estudo.



2.3 Cálculo amostral

O tamanho da amostra foi baseado em estudos anteriores do teste de resistência de união ao esmalte (WORONKO *et al.*, 1996 e PERDIGÃO *et al.*, 2014). De acordo com a literatura, a resistência de união média ao esmalte é 20,6 ($\pm 5,8$) MPa ($\pm DP$) (WORONKO *et al.*, 1996; PERDIGÃO *et al.*, 2014). Utilizando um teste de 0,05 alfa, potência de 80% e um teste bilateral, o tamanho mínimo da amostra deverá ser de 16 incisivos bovinos em cada grupo ($n = 16$). O cálculo do tamanho da amostra foi realizado utilizando um software estatístico G.power3.1.

2.4 Distribuição dos grupos experimentais

Os espécimes ($n = 32$) foram aleatoriamente e igualmente distribuídos aos seguintes grupos de acordo com a "estratégia adesiva":

Grupo HEL = AH sem solvente (Heliobond, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Grupo ADH = AU à base de etanol (AdheSE Universal, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein).

Grupo PBU = AU à base de isopropanol (Prime & Bond Universal, Dentsply Sirona, Erlangen, Alemanha).

Grupo OPT = AU à base de acetona (OptiBond Universal, Kerr Co., Orange, CA, EUA).

Grupo ADH + HEL = ADH seguido por uma camada extra de HEL.

Grupo PBU + HEL = PBU seguido por uma camada extra de HEL.

Grupo OPT + HEL = OPT seguido por uma camada extra de HEL.

2.5 Resistência de união ao esmalte por cisalhamento

Os incisivos bovinos foram limpos, inspecionados quanto a rachaduras no esmalte ou lesões de cárie com lupa de aumento (ExamVision ApS, Samsø, Dinamarca) com ampliação de 3,3X sob iluminação e armazenadas em água com timol a 0,5%. Após o corte das raízes, as coroas bovinas dos incisivos foram montadas em anéis fenólicos com resina acrílica (Resinlay Pattern Photo, TDV, Pomerode, SC, Brasil) deixando a superfície vestibular exposta. O esmalte vestibular foi polido com papel SiC de grão 600 por 30 segundos em água corrente para obter uma superfície plana de esmalte de aproximadamente 3,0 mm².

Uma fita de vinil de dupla face (3M Co., St Paul), com uma perfuração circular de 2,5mm de diâmetro, foi posicionada sobre a superfície do esmalte vestibular para limitar a área de adesão. A superfície do esmalte foi condicionada com ácido fosfórico a 37,5% (Kerr Gel Etchant; Kerr Co., Orange, EUA) por 15 segundos, lavada com spray de água e ar por 10 segundos e seca a uma distância de aproximadamente 2,0 cm da superfície do esmalte por 5 segundos com seringa de ar comprimido. Os sistemas adesivos foram aplicados com um micro aplicador (Kerr Applicators; Kerr Co., Orange, EUA), de acordo com os respectivos protocolos de evaporação já descritos, e então fotopolimerizados com um fotopolimerizador LED (VALO Cordless; Ultradent, South Jordan, EUA) por 10 segundos com uma intensidade de 1.000 mW/cm² (figura 3 e figura 4).

Figura 3 (a à f) - Protocolo adesivo sem camada extra de adesivo hidrofóbico: a - superfície vestibular exposta e polida; b - fita de vinil com perfuração marcada; c- aplicação do ácido fosfórico; d - aplicação do sistema adesivo; e- movimento fricção ativa por 20 seg. e após volatilização do solvente por 5 seg.; f - Fotopolimerização final.

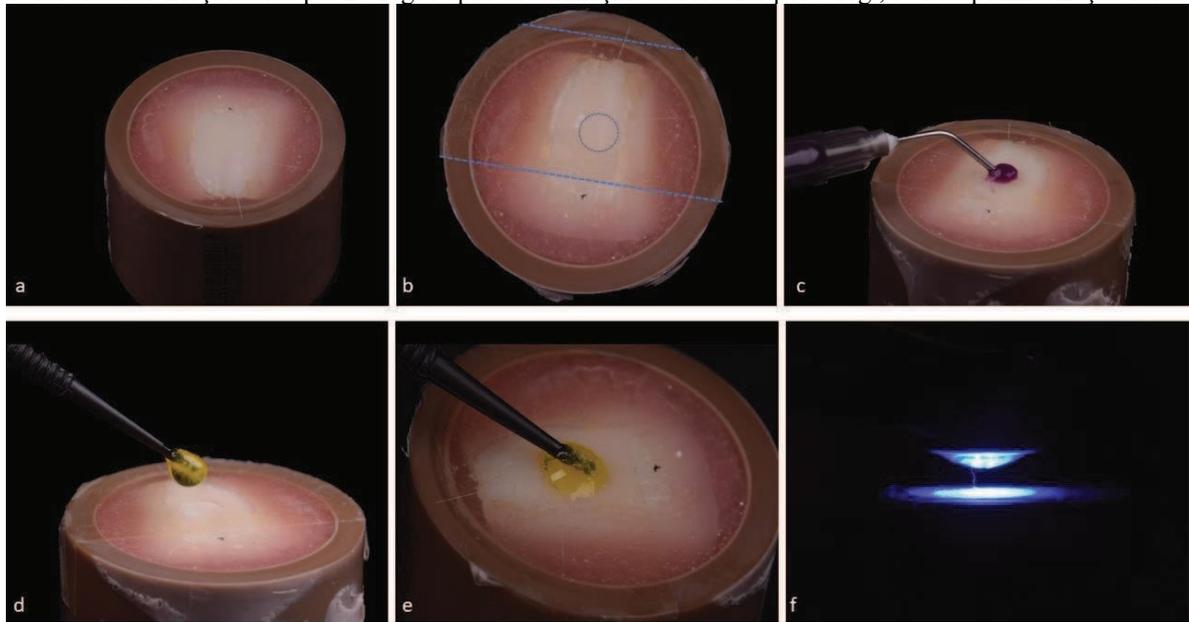
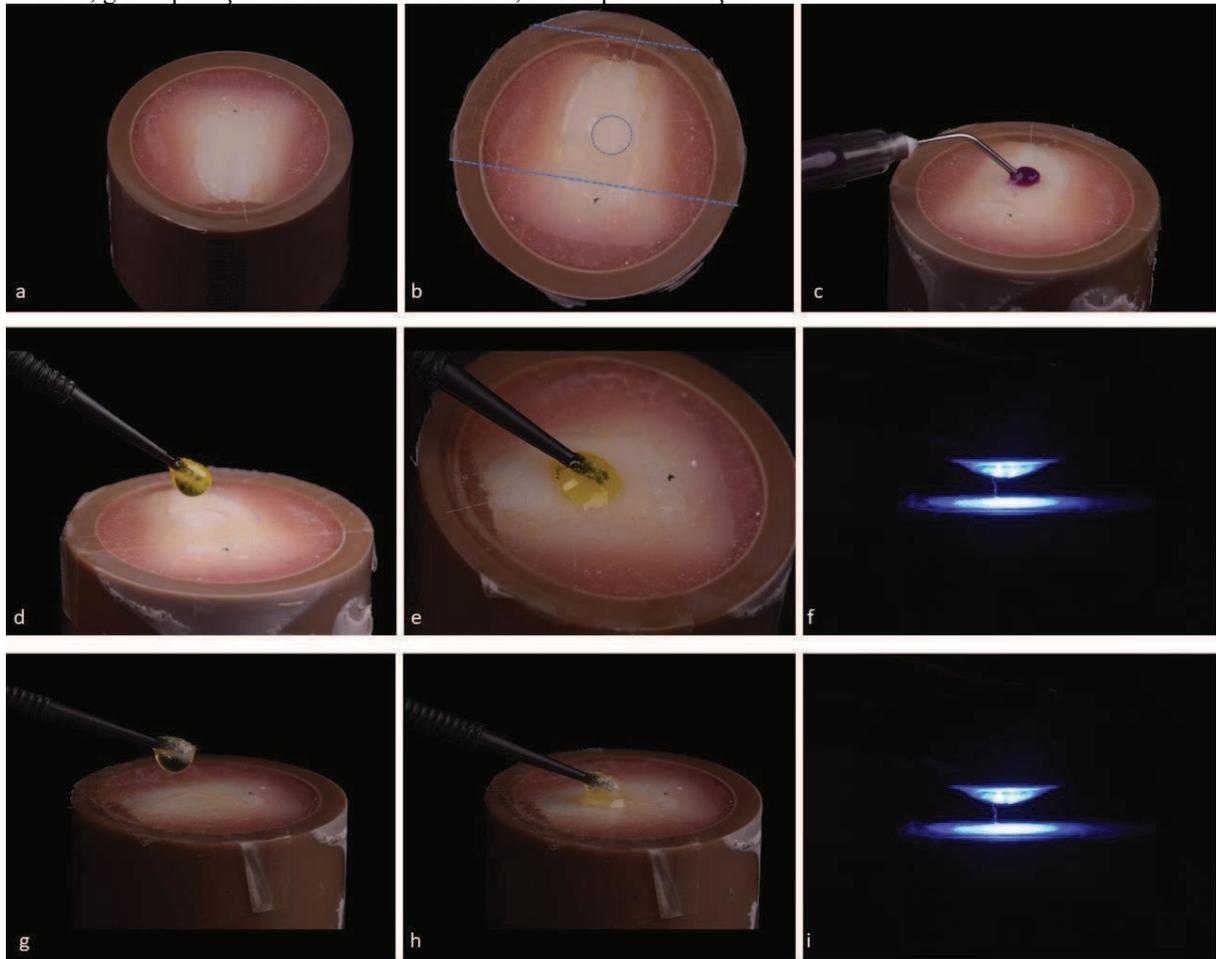


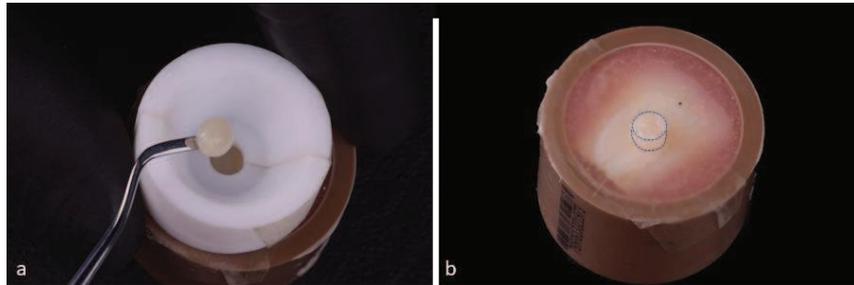
Figura 4 (a à i) - Protocolo adesivo com camada extra de adesivo hidrofóbico: a - superfície vestibular exposta e polida; b - fita de vinil com perfuração marcada; c - aplicação do ácido fosfórico; d - aplicação do sistema adesivo; e- movimento fricção ativa por 20 seg. e após volatilização do solvente por 5 seg.; f - fotopolimerização do sistema adesivo; g/h - aplicação do adesivo hidrofóbico; i - fotopolimerização final.



As amostras foram posicionadas em um dispositivo específico da Ultradent Bonding Assembly (Ultradent Products Inc.; South Jordan, UT, EUA). Após a aplicação do adesivo na superfície do esmalte, os cilindros de resina composta foram montados usando um molde Ultradent (diâmetro interno = 2,4 mm; altura = 2,5 mm). Foi utilizado uma resina composta híbrida (Filtek Z250; 3M Oral Care, St. Paul, MN, EUA) e foi colocado com uma espátula de inserção de resina composta no molde posicionado sobre a superfície do esmalte. Foram inseridos dois incrementos e cada um foi fotopolimerizado por 20 segundos, mantendo a ponta

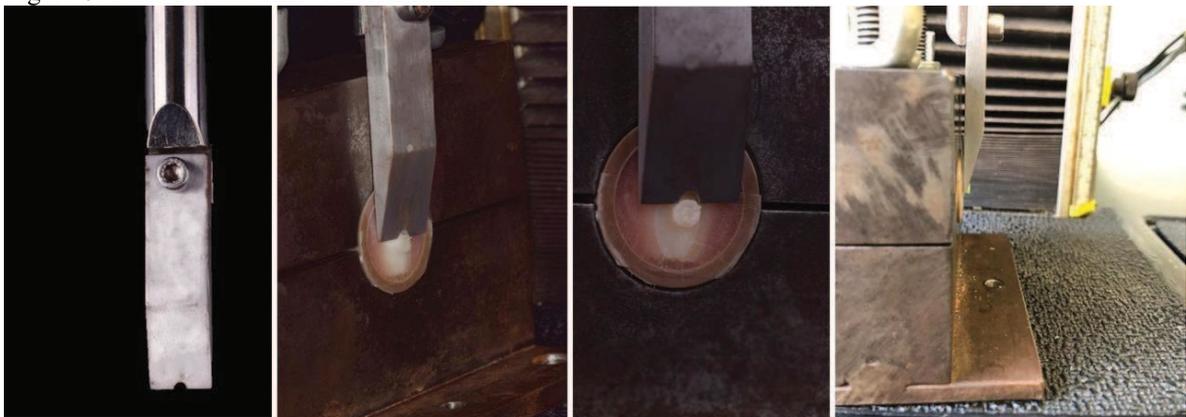
da guia do fotopolimerizador em contato com a parte superior do molde (figura 5). A inserção do molde (Ultradent) foi removida cuidadosamente imediatamente após a fotopolimerização. As amostras foram armazenadas em um recipiente plástico de 1,0 m³ com água purificada antes dos testes mecânicos.

Figura 5(a à b) Protocolo restaurador: a - inserção da resina composta no molde; b - cilindro de resina composta após polimerização final.



O teste de resistência de união por cisalhamento foi realizado usando a máquina de teste universal (Instron 4444, Instron Corporation, Norwood, MA, EUA). Com uma haste metálica com entalhe de raio semicircular de 2,8 mm foi posicionada perpendicularmente ao cilindro de resina composta até fraturar a interface entre a superfície do esmalte e a resina composta. Para garantir que tenha mesma distância entre haste e o cilindro de resina composta, foi utilizado uma fita matriz poliéster (GC Epitex Translucent Strip, GC Co., Bunkyo, Tóquio, Japão) como espaçador (figura 6). O teste mecânico foi executado a uma velocidade de cruzamento de 1 mm/minuto. A resistência de união (MPa) foi calculada dividindo a carga na falha (Newtons) pela área de superfície (mm²).

Figura 6: Teste de resistência ao cisalhamento



2.6 Modo de falha

As superfícies do esmalte foram examinadas com um microscópio óptico (Leica DM4000 M, Leica Microsystems GmbH, Wetzlar, Alemanha) com aumento de 40X para avaliar o modo de falha após o teste. O modo de falha (modificado PERDIGÃO *et al.*, 2014) foi classificado como: [CE] coesivo no esmalte (falha exclusivamente no esmalte); Adesivo [AD] (falha na interface de resina composta e esmalte); [MI] mista (falha na resina composta e interface de esmalte; ou, [CR] coesiva na resina composta (falha exclusivamente dentro da resina composta). Corpos de prova com falhas coesivas (CE ou CR) não tiveram sua RU incluída na comparação estatística (ROULET; VAN MEERBEEK, 2007). Para corpos de prova com falha (AD) pré-teste durante o processo de envelhecimento (24H ou 6M), um valor mínimo de RU foi usado após ser calculado usando estatísticas de regressão (ROULET; VAN MEERBEEK, 2007).

2.7 Análise estatística

O teste de Shapiro-Wilk mostrou que as amostras apresentavam destruição normal ($p > 0,05$). Foi utilizado o teste ANOVA de duas vias (fatores: 'estratégia adesiva' e 'armazenamento de água') e teste post-hoc de Tukey HSD ($\alpha = 95\%$).

3 RESULTADOS

A média de resistência de união ao esmalte variou de 3,6 (\pm 2,2) MPa (HEL/6M) à 24,7 (\pm 7,1) MPa (ADU/HEL/6M). HEL/24H resultou em 4 falhas pré-teste, ou seja, o cilindro de resina composta se soltou do esmalte durante a armazenagem antes mesmo de realizar o teste. As percentagens médias de RU [MPa \pm (DP)] estão apresentadas na Tabela 3 e modo de falha são exibidas na Tabela 4. As médias de RU ao esmalte com letras diferentes indicam uma diferença significativa ($p < 0,05$). As maiúsculas representam a comparação entre os tempos de armazenamento e as minúsculas entre as estratégias de adesivos.

O teste ANOVA revelou diferenças significativas para "estratégia adesiva" ($p \leq 0,001$), e diferenças não significativas para "armazenamento de água" ($p > 0,05$). O teste estatístico *post-hoc* de Tukey classificou as diferenças entre a "estratégia adesiva" (Tabela 3). A média de RU a o esmalte de todos os grupos em 24H (17,6 \pm 7,2 MPa) foi estatisticamente semelhante à média de RU de todos os grupos para o esmalte após 6 meses de armazenamento em água (16,8 \pm 8,5 MPa). Todos os AUs tinham média de RU ao esmalte semelhante com ou sem uma camada de HEL após 6 meses de armazenamento em água.

Para todos os grupos, a maioria das falhas foi falha adesiva (variação de 50 à 93,75%), com exceção de PBU + HEL em 6 meses que teve 56,25% falha mista (Tabela 4). Uma camada adicional de HEL para ambos os tempos de armazenamento de água (24H e 6M) resultou em maior percentagem de falha mista para PBU e OPT, mas não para ADH (figura 7).

Tabela 2 - Média de RU ao esmalte (MPa \pm DP) por grupo após 24H e 6M de armazenamento em água.

24H	Grupos	Média RU \pm DP
Média 17,6 \pm (7,2) MPa	ADH	22,4 \pm 8,0 ^a
	PBU	18,6 \pm 7,3 ^{ab}
	OPT	17,8 \pm 6,1 ^{ab}
	HEL	11,7 \pm 5,9 ^c
	ADH+HEL	19,4 \pm 6,6 ^{ab}
	PBU+HEL	14,8 \pm 4,5 ^{bc}
	OPT+HEL	19,4 \pm 6,6 ^{ab}
6M	Grupos	Média RU \pm DP
	ADH	17,6 \pm 5,2 ^B
	PBU	18,4 \pm 5,7 ^B

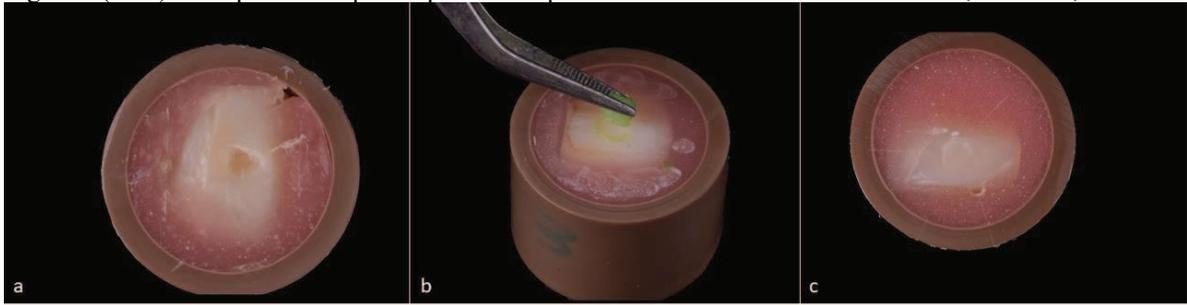
Média 16,8± (8,5) MPa	OPT	19,8 ± 5,6 ^{AB}
	HEL	3,6 ± 2,2 ^C
	ADH+HEL	24,7 ± 7,1 ^A
	PBU+HEL	15,6 ± 7,5 ^B
	OPT+HEL	16,1 ± 6,0 ^B

A média de RU com a mesma letra sobrescrita não é estatisticamente diferente em $p < 0,05$ (letras minúsculas para média de RU após 24H, letras maiúsculas para média de RU após 6M).

Tabela 3 – Modo de falha (%) por grupos após 24H e 6M de armazenamento em água.

Grupos (24H)	Modos de Falhas
ADH	AD=85.25;MI=12.50;CR=0.00;CE=6.25
PBU	AD=75.00;MI=0.00;CR=0.00;CE=25.00
OPT	AD=81.25;MI=0.00;CR=6.25;CE=12.50
HEL	AD=81.25;MI=12.50;CR=0.00;CE=6.25
ADH+HEL	AD=68.75;MI=18.75;CR=0.00;CE=12.50
PBU+HEL	AD=75.00;MI=25.00;CR=0.00;CE=0.00
OPT+HEL	AD=62.50;MI=12.50;CR=0.00;CE=6.25
Grupos (6M)	Modos de Falhas
ADH	AD=81.25;MI=18.75;CR=0.00;CE=0.00
PBU	AD=93.75;MI=6.25;CR=0.00;CE=0.00
OPT	AD=75.00;MI=25.00;CR=0.00;CE=0.00
HEL	AD=87.50;MI=6.25;CR=0.00;CE=6.25
ADH+HEL	AD=62.50;MI=12.50;CR=0.00;CE=25.00
PBU+HEL	AD=42.75;MI=56.25;CR=0.00;CE=0.00
OPT+HEL	AD=50.00;MI=37.50;CR=0.00;CE=12.50

Figura 7 (a à c) Exemplos de corpos de prova com padrão de falha: a - coesiva em esmalte; b - mista; c - adesiva.



4 DISCUSSÃO

Como o procedimento restaurador geralmente envolve o esmalte e a dentina, a discussão desta pesquisa baseou-se nos efeitos da camada de resina hidrofóbica na resistência de união à dentina e ao esmalte e em ensaios clínicos. Há poucos estudos relacionados à resistência de união do esmalte com aplicação extra de uma camada de resina hidrofóbica, sendo o presente estudo possivelmente um dos primeiros estudos.

Os sistemas adesivos convencionais podem ser divididos em duas ou três etapas, dependendo se o *primer* e o adesivo estão em frascos separados ou em um único, utilizando sempre do condicionamento com ácido fosfórico previamente aplicação do sistema adesivo (PASHLEY; CARVALHO, 1997; VAN MEERBEEK *et al.*, 2003; BRESCHI *et al.*, 2008). 2-hidroxietil metacrilato (HEMA) é um dos monômeros mais utilizados nos sistemas adesivos, devido a sua capacidade hidrofílica, que o torna um excelente promotor de adesão aumentando a força de união (HITMI *et al.*, 2002; VAN MEERBEEK *et al.*, 2003). Entretanto, a característica hidrofílica do monômero continua presente mesmo após polimerização do sistema adesivo o que pode ocasionar hidrólise da camada híbrida. A hidrólise é um processo químico que quebra as ligações covalentes entre os polímeros pela adição de água nas ligações de éster, resultando na degradação da camada adesiva e comprometendo a resistência de união (TAY e PASHLEY, 2003; SILVA E SOUZA JUNIOR *et al.*, 2010). Em razão disso, alguns fabricantes diminuíram a quantidade desse monômero e/ou substituíram por outro monômero na composição dos sistemas adesivos (TAY e PASHLEY, 2003; SILVA E SOUZA JUNIOR *et al.*, 2010).

Já o sistema adesivo autocondicionante (AA) é caracterizado pela utilização de um monômero ácido no qual ocorre a desmineralização e impregnação simultânea nos tecidos dentinários (CADENARO *et al.*, 2005). A água é um componente muito importante de todos os sistemas adesivos autocondicionantes, pois participa da reação química associada à interação do AA com esmalte e dentina. A água é necessária para que os monômeros ácidos ionizem e desencadeiem a desmineralização dos tecidos dentais duros (MUÑOZ *et al.*, 2003). Os AA, apresentam protocolos de aplicação mais fáceis do que os tipos convencionais e são menos sensíveis à técnica adesiva (MUÑOZ *et al.*, 2003).

Apesar dos sistemas AAs conterem em sua composição monômeros ácidos, a utilização do ácido fosfórico para condicionamento do esmalte prévio a

aplicação do sistema adesivo tem um aumento significativo na força de união (GRÉGOIRE e AHMED, 2007) e resultou em um padrão de condicionamento do esmalte favorável para a adesão (PERDIGÃO *et al.*, 2008). A utilização do condicionamento prévio no esmalte foi comprovada uma maior eficaz, demonstrado no estudo (DINIZ *et al.*, 2016) no qual testaram-se diversos AUs no modo autocondicionante e condicionamento ácido total do esmalte. Quando comparados ao grupo controle, os AUs apresentaram uma maior força de união devido asua composição conter monômeros ácidos, no qual dissolve o esmalte devido aplicação ativado adesivo (DINIZ *et al.*, 2016).

Supõe-se que a presença de água, dos monômeros hidrofílicos e da quantidade de solvente presentes nos AUs poderiam comprometer a resistência de união do esmalte ao longo do tempo. O protocolo de aplicação utilizado no presente estudo pode ser parte do motivo no qual a resistência de união ao esmalte com os UAs seja estável em armazenamento em água após 6M. A metodologia utilizada controlou a temperatura ambiente, a umidade relativa do ar, o tempo de secagem do AU, distância da seringa de ar e o controle de sua pressão. Estudos mostraram que a média de resistência de união para a maioria dos AUs aumentou com o armazenamento prolongado (NAGARKAR *et al.*, 2019; HIROKANE *et al.*, 2020). Isso foi atribuído principalmente à maior hidrofílicidade dos AUs, pois ocorre uma menor conversão das ligações dupla $C = C$ no armazenamento inicial (tempo menor que 24 horas). E, quando armazenado por mais tempo, há um aumento na reação pós-polimerização (SCHNEIDER *et al.*, 2006; NAGARKAR *et al.*, 2019; HIROKANE *et al.*, 2020). Recentemente, a resistência de união à dentina dos AUs foi comparada após diferentes tempos de secagem (AWAD *et al.*, 2019). A resistência da união à dentina dos AUs foi maior após 15-30 segundos de tempo de secagem em comparação com 5-10 segundos (AWAD *et al.*, 2019). O modo de aplicação, o tipo e a quantidade de solvente, tipo de monômeros, a presença e quantidade de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos, a viscosidade do adesivo, entre outros constituintes dos vários adesivos podem afetar os resultados de resistência de união (AHMED *et al.*, 2019). Os estudos de simulação da condição bucal em laboratório são inequívocos e demonstram uma forte influência da umidade presente antes da polimerização, associada à temperatura na resistência de união da resina composta (JACQUOT *et al.*, 2012). Novos estudos devem testar a resistência de união ao esmalte com os AUs em alta umidade relativa do ar ($\approx 95\%$) e temperatura ($\approx 35^{\circ}\text{C}$).

No presente estudo, rejeitou-se a primeira hipótese nula, uma vez que o uso de AU aplicado ao esmalte condicionado com ácido fosfórico não comprometeu a resistência de união

quando comparado ao grupo controle onde apenas uma resina hidrofóbica foi aplicada. Todos os AUs testados resultaram em maior média de resistência de união ao esmalte em comparação ao grupo controle (Tabela 2). Ainda, em relação ao modo de falha, no presente estudo as falhas do pré-teste ocorreram apenas no grupo controle (Heliobond, Ivoclar Vivadent). A explicação possível é a composição ativa dos AUs, que contém monômeros ácidos, em que o esmalte condicionado é dissolvido durante o tempo de aplicação ativa do AU (CADENARO *et al.*, 2005).

Isso pode ser explicado devido a anatomia do esmalte dental, que possui hidroxiapatita mais regular e com orientação paralela. Quando condicionado com ácido fosfórico, acarreta maior retenção micromecânica (HPa dissolvido), além da remoção da lama dentinária, o que favorece uma maior reatividade com monômero funcional (YOSHIHARA *et al.*, 2011). Outro fator é que muitos AUs têm em sua composição o monômero 10-MDP que possui grande interação química com HPa. Nesse caso, o condicionamento prévio com ácido expõe parcialmente a HPa, ligando eletrostaticamente o fosfato do 10-MDP ao HPa, o que garante uma melhor adesão (YOSHIHARA *et al.*, 2010; YOSHIHARA *et al.*, 2011). No presente estudo, ADH e PBU possuem o monômero 10-MDP (Tabela 1).

O grupo controle teve menor força de união nos dois tempos de armazenamento em água (24h e 6M), devido à composição do adesivo hidrofóbico que não contém monômeros ácidos e solvente na sua formulação, corroborando com estudo de Ahamed *et al.* (2019), realizado em substrato dentinário, que relatou que somente adesivo hidrofóbico aplicado não tem força de união satisfatória. Swift *et al.* (1999) compararam a força de união ao esmalte de 6 adesivos convencionais (que usam o prévio condicionamento ácido) de um frasco com uma resina fluida usada como grupo de controle (adesivo Scotchbond Multi-Purpose, 3M Oral Care). Com exceção de um adesivo autocondicionante que contém apenas água como solvente (Syntac Single-Component, Ivoclar Vivadent), todos os sistemas adesivos testados resultaram em média de resistência de união ao esmalte semelhante ao grupo controle (Swift *et al.*, 1999). O adesivo Scotchbond Multi-Purpose tem BisGMA e HEMA (Swift *et al.*, 1999), já a resina hidrofóbica utilizada no presente estudo (Heliobond, Ivoclar Vivadent) possui BisGMA, UDMA e TEGDMA. Esta formulação é totalmente hidrofóbica. E, ambos os monômeros de dimetacrilato (UDMA e TEGDMA) são adicionados para diminuir a viscosidade da resina (Swift *et al.*, 1999). Portanto, podemos especular que os monômeros ácidos e a presença de solvente nas composições de AUs foram as possíveis

explicações para todos os AUs testados nesta presente pesquisa resultarem em mais alta resistência de união ao esmalte do que a resina hidrofóbica.

Os AUs têm característica predominante hidrofílica e proporcionalmente contém mais solvente, permitindo a formação de uma camada mais fina de adesivo (CADENARO *et al.*, 2005). Entretanto, alguns autores relatam que uma espessura adesiva maior pode ser vantajosa para força de união, pois a aplicação de uma resina de baixa viscosidade com partículas entre a camada híbrida e a restauração dental demonstrou atuar como amortecedor de tensões impostas à interface adesiva, que beneficia a adaptação e retenção marginal desta restauração (VAN MEERBEEK *et al.*, 1993; PERDIGÃO *et al.*, 1996). No entanto, há estudos que relatam que não existe diferença estatística entre o uso de uma resina de baixa viscosidade ou resina de alta viscosidade em termos de adaptação marginal e penetração no esmalte condicionado (BUONOCORE *et al.*, 1968; MYERS *et al.*, 1974; PAHLAVAN *et al.*, 1976; PERDIGÃO *et al.*, 2000). Um trabalho realizado por Perdigão *et al.* (2000) que teve como objetivo avaliar a resistência de união ao esmalte condicionado com ácido fosfórico utilizando 4 materiais com viscosidade diferente (baixa à alta) e concluiu que o uso de resinas compostas de baixa viscosidade resultaram em resistência de união ao esmalte semelhante à força de união alcançada quando uma resina composta de alta viscosidade foi usado.

Na presente pesquisa, o modo de falha foi predominantemente adesiva independentemente da estratégia adesiva ou do tempo de armazenamento, corroborando com alguns estudos anteriores (AHMED *et al.*, 2019; AHMED *et al.*, 2020). No entanto, houve uma tendência de maior percentagem de falhas mistas quando a camada extra de resina hidrofóbica foi aplicada (Tabela 3). Essa tendência foi maior no armazenamento em água por 6M em comparação com grupo 24H. PBU + HEL em 6M teve 56,25% de falhas mistas (Tabela 3). A tensão interfacial pode mudar durante o teste de resistência de união ao cisalhamento, dependendo do módulo de elasticidade do material restaurador (PLACIDO *et al.*, 2007). Com a camada extra de adesivo hidrofóbico, a tensão interfacial durante o teste pode ser gerada na área do adesivo hidrofóbico e, assim, ocorrendo mais falhas mistas. O adesivo hidrofóbico tem baixo módulo de elasticidade em comparação com a resina composta híbrida usado na presente pesquisa (PLACIDO *et al.*, 2007). Essa talvez seja uma possível explicação para a tendência em resultar em mais falhas mistas quando uma camada extra de adesivo hidrofóbico foi aplicada.

Os AUs têm em sua composição um aumento da quantidade de solventes e monômeros funcionais hidrofílicos. Entretanto, a adição desses componentes químicos na

composição leva à preocupação em relação a sorção da água (MUÑOZ *et al.*, 2014). A sorção da água é um dos fatores responsáveis pela degradação da camada adesiva, influenciada pela composição hidrofílica dos adesivos (REIS *et al.*, 2010). A composição química do monômero e solvente utilizado é o que determina a natureza hidrofílica do material. A fim de melhorar a eficácia de AUs, alguns autores sugerem a aplicação de uma camada extra de adesivo hidrofóbico (REIS, *et al.*, 2008; ALBUQUERQUE *et al.*, 2008; PERDIGÃO *et al.*, 2014; MUÑOZ *et al.*, 2014). Uma vez fotopolimerizados, alguns sistemas adesivos permitem a passagem do fluido dentinário para a superfície, onde se acumula como gotículas. No entanto, a degradação é menos frequente quando uma camada extra de adesivo hidrofóbico é usado (SIZENANDO *et al.*, 2015). Já foi demonstrado que o adesivo hidrofóbico reduz o potencial de degradação hidrolítica das ligações e aumenta a longevidade das interfaces resina-dentina tanto *in vitro* quanto *in vivo* (REIS *et al.*, 2008).

A segunda hipótese foi parcialmente rejeitada, uma vez que aplicação adicional de adesivo hidrofóbico sobre os AUs não influenciou a resistência de união por cisalhamento. Nos grupos de armazenamento em água por 24H, não houve diferença estatística entre a resistência de união ao esmalte de AUs com ou sem a aplicação adicional de uma camada hidrofóbica (Tabela 2). Porém, nos grupos de armazenamento em água por 6M, ADH resultou em maior resistência de união ao esmalte com a camada extra de adesivo hidrofóbico em comparação com a ausência desta (ADH $17,6 \pm 5,2$ / ADH + HEL $24,7 \pm 7,1$). PBU e OPT resultaram em resistência de união ao esmalte semelhante com ou sem aplicação da camada extra hidrofóbica. Os presentes resultados foram parcialmente contrastados com outro estudo realizado em dentina (SIZENANDO *et al.*, 2015), onde todos os AUs estudados no modo de condicionamento ácido resultaram em maior resistência de união à dentina com uma camada extra de resina hidrofóbica. Já o estudo realizado por Abrahm *et al.* (2019), concluíram que os adesivos se comportaram de forma diferentes, no qual o efeito de uma camada extra na resistência de união imediata e envelhecida dependeu do AU estudado, corroborando com o presente estudo onde os sistemas adesivos se comportaram de forma diferente em relação a esta variável.

De acordo com o teste estatístico realizado, não foi possível identificar diferença estatisticamente significativa no grupo PBU com a camada extra de resina hidrofóbica (Heliobond, Ivoclar Vivadent) no teste realizado 24H e 6M. Porém, o resultado mostrou que PBU foi o único AU testado que apresentou uma tendência de diminuir sua média de resistência de união ao

esmalte quando uma camada extra de adesivo hidrofóbico foi aplicada 24H (PBU $18,6 \pm 7,3$ / PBU + HEL $14,8 \pm 4,5$) e 6M (PBU $18,4 \pm 5,7$ / PBU + HEL $15,6 \pm 7,5$). Uma explicação para essa tendência de redução na média de resistência de união ao esmalte pode ter ocorrido devido à formulação química do adesivo PBU que na sua composição não contém o monômero HEMA em função da sua característica hidrofílica o que pode acarretar degradação da camada híbrida por hidrólise e, assim, comprometer a resistência de união (TAY e PASHLEY, 2003; SILVA E SOUZA JUNIOR *et al.*, 2010). Com adição do solvente isopropanol, que tem característica menos hidrofílica que os outros solventes (DENTSPLY SIRONA, 2016), o adesivo PBU se torna menos hidrofílico que os outros adesivos testados na presente pesquisa. Por apresentar uma característica hidrofílica menor, possivelmente a aplicação adicional do adesivo hidrofóbico não favoreceu a resistência de união, deixou uma camada mais espessa e frágil.

As pesquisas utilizando camada extra de adesivo hidrofóbico levam a interpretações contraditórias, uma vez que variam no que diz respeito aos sistemas adesivos testados, metodologia empregada e tipo de estudo (*in vitro* ou *in vivo*). Em estudo clínico randomizado de 36 meses, observou-se que os AUs não se favorecem do uso da camada extra que pode ter sido relacionado ao monômero e tipo de solvente utilizado na pesquisa (PERDIGÃO *et al.*, 2020). Nos estudos laboratoriais, majoritariamente relatam uma melhora na resistência de união dos AUs quando utilizado com uma camada extra de adesivo hidrofóbico (SIZENANDO *et al.*, 2015; ABRHAN *et al.*, 2020).

Na presente pesquisa, uma das variáveis consideradas foi o tipo de solvente, uma vez que foram utilizados três tipos de solvente (acetona, etanol, isopropanol) e um adesivo sem solvente. Durante o processo de adesão, o solvente é utilizado para ajudar na difusão e molhabilidade dos monômeros resinosos dos sistemas adesivos (KANKA, 1998). Os solventes realizam a eliminação da água presente na estrutura dentinária por via de desidratação química, facilitando a infiltração dos monômeros resinosos no tecido dentinário desmineralizado e formando a camada híbrida (PERDIGÃO; FRANKERBERGER, 2001). A presença de solvente é necessária, porém quando a evaporação é incompleta seu efeito se torna prejudicial na interpenetração dos monômeros e polimerização, podendo ocorrer degradação da camada híbrida (ORTENGREN, 2000). A acetona tem alta pressão de evaporação em comparação ao etanol, que permite uma evaporação mais fácil (PERDIGÃO *et al.*, 1999; CHAUDHARY *et al.*, 2016). O isopropanol tem uma característica química próxima ao etanol como cadeias curtas e ligações de hidrogênio. Por

pertencer à família do álcool, possui características de evaporação próximas as do etanol (MORRISON *et al.*, 1992).

Todos os AUs com diferentes tipos de solventes obtiveram resistência de união média estatisticamente semelhante. Porém, o tipo de solvente pode estar relacionado à manutenção da estabilidade da resistência de união ao esmalte após 6M de armazenamento, fato que impede parcialmente a rejeição da terceira hipótese nula do presente estudo.

5 CONCLUSÕES

Os adesivos universais testados tiveram médias de resistência de união ao esmalte por teste cisalhamento semelhantes independentemente do tipo de solvente. A utilização da camada extra de adesivo hidrofóbico só se faz necessária para o adesivo universal a base de etanol após 6 meses de armazenamento. Todos os AUs testados apresentaram maior resistência de união ao esmalte que o adesivo hidrofóbico usado como controle. A adesão da resina composta ao esmalte condicionado usando apenas o adesivo hidrofóbico não é recomendável.

REFERÊNCIAS

1. AHMED MH, DE MUNCK J, VAN LANDUYT K, PEUMANS M, YOSHIHARA K, & VAN MEERBEEK B. Do universal adhesives benefit from an extra bonding layer ***Journal of Adhesive Dentistry***, v. 21, n. 2, pp. 117-132, 2019. DOI: [10.3290/j.jad.a42304](https://doi.org/10.3290/j.jad.a42304)
2. AHMED MH, YAO C, VAN LANDUYT K, PEUMANS M, & VAN MEERBEEK B. Extra Bonding Layer Compensates Universal Adhesive's Thin Film Thickness ***Journal of Adhesive Dentistry***, v. 22, n. 5, pp. 483-501, 2020. DOI: [10.3290/j.jad.a45179](https://doi.org/10.3290/j.jad.a45179)
3. ALBUQUERQUE M, PEGORARO M, MATTEI G, REIS A, & LOGUERCIO AD. Effect of double-application or the application of a hydrophobic layer for improved efficacy of one-step self-etch systems in enamel and dentin ***Operative Dentistry***, v. 33, n. 5, pp. 564-570, 2008. DOI: [10.2341/07-145](https://doi.org/10.2341/07-145)
4. ANDRADE AMD, MOURA SK, REIS A, LOGUERCIO AD, GARCIA EJ, & GRANDE, RHM. Evaluating resin-enamel bonds by microshear and microtensile bond strength tests: effects of composite resin ***Journal of Applied Oral Science***, v. 18, n. 6, pp. 591-598, 2010. DOI: [10.1590/S1678-77572010000600010](https://doi.org/10.1590/S1678-77572010000600010)
5. AWAD MM, ALRAHLAH A, MATINLINNA JP, & HAMAMA HH. Effect of adhesive air-drying time on bond strength to dentin: a systematic review and meta-analysis ***International Journal of Adhesion and Adhesives***, v. 90, n. 2019, pp. 154-162, 2019. DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ijadhadh.2019.02.006>
6. BRESCHI L, MAZZONI A, RUGGERI A, CADENARO M, DI LENARDA R, & DORIGO EDS. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface ***Dental Materials***, v. 24, n. 1, pp. 90-101, 2008. DOI: [10.1016/j.dental.2007.02.009](https://doi.org/10.1016/j.dental.2007.02.009)

7. BUONOCORE MG, MATSUI A, & GWINNETT AJ. Penetration of resin dental materials into enamel surfaces with reference to bonding ***Archives Oral Biology***, v. 13, n. 1, pp. 61-70, 1968. DOI: [10.1016/0003-9969\(68\)90037-x](https://doi.org/10.1016/0003-9969(68)90037-x)
8. CADENARO M, ANTONIOLLI F, SAURO S, TAY FR, DI LENARDA R, PRATI C, BIASOTTO M, CONTARDO L, & BRESCHI L. Degree of conversion and permeability of dental adhesives ***European Journal of Oral Sciences***, v. 113, n. 6, pp. 525-530, 2005. DOI: [10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x](https://doi.org/10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x)
9. CHAUDHARY S, BALI R, & TAYAL A. Influence of different types of co-solvents on the bonding abilities of one step self-etching adhesives: An ex vivo study ***Indian Journal of Dental Sciences***, v. 8, n. 4, pp. 221-225, 2016. DOI: [10.4103/0976-4003.196818](https://doi.org/10.4103/0976-4003.196818)
10. CHEN C, NIU LN, XIE H, ZHANG ZY, ZHOU LQ, JIAO K, CHEN JH, PASHLEY DH, & TAY FR. Bonding of universal adhesives to dentine--Old wine in new bottles? ***Journal of Dentistry***, v. 43, n. 5, pp. 525-36, 2015. DOI [10.1016/j.jdent.2015.03.004](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.03.004).
11. DA ROSA WLDO, PIVA E, & DA SILVA AF. Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis ***Journal of Dentistry***, v. 43, n. 7, pp. 765-776, 2015. DOI: [10.1016/j.jdent.2015.04.003](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.003)
12. DAVIDSON CL, DE GEE AJ, & FEILZER A. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress ***Journal of Dental Research***, v. 63, n. 12, pp. 1396-1399, 1984 DOI: [10.1177/00220345840630121101](https://doi.org/10.1177/00220345840630121101)
13. Dentsply Sirona (2016) PrimeBond active_Scientific Compendium_EN.pdf; Retrieved online November, 27, 2020 from: https://www.dentsplysirona.com/content/dam/dentsply/pim/manufacture/Restorative/Direct_Restoration/Adhesives/Universal_Adhesives/PrimeBond_active/PrimeBond%20active_Scientific%20Compendium_EN.pdf
14. DINIZ AC, BANDECA MC, PINHEIRO LM, DOS SANTOS H, ALMEIDA LJ JR, TORRES CR, BORGES AH, PINTO SC, TONETTO MR, DE JESUS TAVAREZ RR, & FIROOZMAND LM (2016) Influence of Different Etching

- Modes on Bond Strength to Enamel using Universal Adhesive Systems ***The Journal of Contemporary Dental Practice***, v. 17, n. 10, pp. 820-825, 2016. DOI: [10.5005/jp-journals-10024-1937](https://doi.org/10.5005/jp-journals-10024-1937)
15. Filtek Z250, 3M Oral Care (SDS). Retrieved online September 24, 2019 from: https://multimedia.3m.com/mws/mediawebserver?mwsId=SSSSSuUn_zu8I00xIYtvMYtBOv70k17zHvu9IxtD7SSSSSS—
 16. FU J, SAIKAEW P, KAWANO S, CARVALHO RM, HANNIG M, SANO H, & SELIMOVIC D. Effect of air-blowing duration on the bond strength of current one-step adhesives to dentin ***Dental Materials***, v. 33, n. 8, pp. 895-903, 2017. DOI: [10.1016/j.dental.2017.03.015](https://doi.org/10.1016/j.dental.2017.03.015)
 17. GREGOIRE G, & AHMED Y. Evaluation of the enamel etching capacity of six contemporary self-etching adhesives ***Journal of Dentistry***, v. 35, n. 5, pp. 388-397, 2007. DOI: [10.1016/j.jdent.2006.11.003](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2006.11.003)
 18. HADAVI F, HEY JH, AMBROSE ER, LOUIE PW, & SHINKEWSKI DJ. The effect of dentin primer on the shear bond strength between composite resin and enamel ***Operative Dentistry***, v. 18, n. 2, pp. 61-65, 1993.
 19. HIROKANE E, TAKAMIZAWA T, KASAHARA Y, ISHII R, TSUJIMOTO A, BARKMEIER WW, LATTA MA & MIYAZAKI M. Effect of double-layer application on the early enamel bond strength of universal adhesives ***Clinical Oral Investigations***, v. 30, n. 2020, pp. 1-15, 2020. DOI: [10.1007/s00784-020-03379-1](https://doi.org/10.1007/s00784-020-03379-1).
 20. HITMI L, BOUTER D, & DEGRANGE M. Influence of drying and HEMA treatment on dentin wettability ***Dental Materials***, v. 18, n. 7, pp. 503-511, 2002. DOI: [10.1016/s0109-5641\(01\)00075-6](https://doi.org/10.1016/s0109-5641(01)00075-6)
 21. Ivoclar Vivadent. AdheSE Universal-SDS. Retrieved online October 11, 2019 from <https://www.ivoclarvivadent.com/en/download-center/msds/>
 22. Ivoclar Vivadent. Heliobond-SDS. Retrieved online September 23, 2019 from: <http://downloads.ivoclarvivadent.com/zooluwebsite/media/document/2109/Heliobond>

23. JACQUOT B, DURAND JC, FARGE P, VALCARCEL J, DE PÉRIÈRE DD, & CUISINIER F. Influence of temperature and relative humidity on dentin and enamel bonding: a critical review of the literature Part 1 Laboratory studies *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 14, n. 5, pp. 433-446, 2012. DOI: 10.3290/j.jad.a28388.
24. KANCA J. Effect of primer dwell time on dentin bond strength *General Dentistry*, v. 46, n. 6, 608-612, 1998.
25. Kerr Co. OptiBond Universal (SDS). Retrieved online September 23, 2019 from: <https://embed.widencdn.net/download/kavokerr/8vcpcyz35s/OptiBond-Universal.pdf?u=18sth1>
26. LOGUERCIO AD, DE PAULA EA, HASS V, LUQUE-MARTINEZ I, REIS A, & PERDIGÃO J. A new universal simplified adhesive: 36-month randomized double-blind clinical trial *Journal of Dentistry*, v. 43, n. 9, pp. 1083-1092, 2015. DOI: [10.1016/j.jdent.2015.07.005](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2015.07.005)
27. LUQUE-MARTINEZ IV, PERDIGÃO J, MUÑOZ MA, SEZINANDO A, REIS A, & LOGUERCIO AD. Effects of solvent evaporation time on immediate adhesive properties of universal adhesives to dentin *Dental Materials*, v. 30, n. 10, pp. 1126-1135, 2014. DOI: [10.1016/j.dental.2014.07.002](https://doi.org/10.1016/j.dental.2014.07.002)
28. MIGUEZ PA, CASTRO PS, NUNES MF, WALTER R, & PEREIRA PN. Effect of acid-etching on the enamel bond of two self-etching systems *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 5, n. 2, pp. 107-112, 2003
29. MORRISON R, & BOYD R. Organic Chemistry Pearson 6 edition, United States, 1992.
30. MUNKSGAARD EC, IRIE M, & ASMUSSEN E. Dentin-polymer bond promoted by Gluma and various resins *Journal of Dental Research*, v. 64, n.12, pp. 1409-1411, 1985. DOI: [/10.1177/00220345850640121801](https://doi.org/10.1177/00220345850640121801)
31. MUÑOZ MA, LUQUE I, HASS V, REIS A, LOGUERCIO AD, & BOMBARDA NHC (2013) Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine *Journal of Dentistry*, v. 41, n. 5, pp. 404-411, 2013. DOI: [10.1016/j.jdent.2013.03.001](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2013.03.001)

32. MUÑOZ MA, SEZINANDO A, LUQUE-MARTINEZ I, SZESZ AL, REIS A, LOGUERCIO AD, BOMBARDA NH, & PERDIGÃO J. Influence of a hydrophobic resin coating on the bonding efficacy of three universal adhesives *Journal of Dentistry*, v. 42, n. 5, pp. 595-602, 2014.
DOI: [10.1016/j.jdent.2014.01.013](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2014.01.013)
33. MYERS CL, ROSSI F, & CARTZ L. Adhesive taglike extensions into acid etched tooth enamel *Journal Dental Research*, v.53, n. 2, pp. 435-441, 1974.
DOI: [10.1177/00220345740530024301](https://doi.org/10.1177/00220345740530024301)
34. NAGARKAR S, THEIS-MAHON N, & PERDIGÃO J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials*, v. 107, n. 6, pp. 2121-2131, 2019. DOI: [10.1002/jbm.b.34305](https://doi.org/10.1002/jbm.b.34305)
35. NAGURA Y, TSUJIMOTO A, BARKMEIER WW, WATANABE H, JOHNSON WW, TAKAMIZAWA T, LATTA MA, & MIYAZAKI M. Relationship between enamel bond fatigue durability and surface free-energy characteristics with universal adhesives *European Journal of Oral Sciences*, v. 126, n. 2, pp. 135-145, 2018 DOI: [10.1111/eos.12398](https://doi.org/10.1111/eos.12398)
36. O'BRIEN KD, WATTS DC, & READ MJF. Light cured direct bonding—is it necessary to use a primer? *The European Journal of Orthodontics*, v. 13, n. 1, pp. 22-26, 1991. DOI: [10.1093/ejo/13.1.22](https://doi.org/10.1093/ejo/13.1.22)
37. OPDAM NJM, ROETERS FJM, FEILZER AJ, & VERDONSCHOT EH. Marginal integrity and postoperative sensitivity in Class 2 resin composite restorations in vivo *Journal of Dentistry*, v. 26, n. 7, pp. 555-562, 1998.
DOI: [10.1016/s0300-5712\(97\)00042-0](https://doi.org/10.1016/s0300-5712(97)00042-0)
38. ORTENGREN U. On composite resin materials. Degradation, erosion and possible adverse effects in dentists *Swedish Dental Journal Supplement*, v. 141, n. 1, pp. 51-61, 2000.
39. PAHLAVAN A, DENNISON JB, & CHARBENEAU GT. Penetration of restorative resins into acid-etched human enamel *Journal of the American*

- Dental Association**, v. 93, n. 6, pp. 1170-1176, 1976. DOI: [10.14219 / jada.archive.1976.0287](https://doi.org/10.14219/jada.archive.1976.0287)
40. PASHLEY DH, & CARVALHO RM. Dentine permeability and dentine adhesion **Journal of Dentistry**, v. 25, n. 5, pp. 355-372, 1997. DOI: [10.1016/s0300-5712\(96\)00057-7](https://doi.org/10.1016/s0300-5712(96)00057-7)
41. PERDIGÃO J, & FRANKENBERGER R. Effect of solvent and rewetting time on dentin adhesion **Quintessence International**, v. 32, n. 5, pp. 385-390, 2001.
42. PERDIGÃO J, & SWIFT JR EJ. Universal adhesives **Journal of Esthetic and Restorative Dentistry**, v. 27, n. 6, pp. 331-334, 2015. DOI: [10.1111/jerd.12185](https://doi.org/10.1111/jerd.12185)
43. PERDIGÃO J, CEBALLOS L, GIRÁLDEZ I, BARACCO B, & FUENTES MV. Effect of a hydrophobic bonding resin on the 36-month performance of a universal adhesive—a randomized clinical trial **Clinical Oral Investigations**, v. 24, n. 2, pp. 765-776, 2020. DOI: [10.1007/s00784-019-02940-x](https://doi.org/10.1007/s00784-019-02940-x)
44. PERDIGAO J, DUTRA-CORRÊA M, ANAUATE-NETTO C, CASTILHOS N, CARMO AR, LEWGOY HR, AMORE R, & CORDEIRO HJ. Two-year Clinical Evaluation of Self-etching Adhesives in Posterior Restorations **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 11, n. 2, pp. 149-159, 2009. DOI: [10.3290/j.jad.a15327](https://doi.org/10.3290/j.jad.a15327)
45. PERDIGÃO J, GERALDELI S, HEYMANN HO, & ROSA BT. Effect of conditioner and restorative resin on enamel bond strengths **American Journal of Dentistry**, v. 13, n. 2, pp. 88-92, 2000.
46. PERDIGÃO J, LOPES MM, & GOMES G. In vitro bonding performance of self-etch adhesives II--ultramorphological evaluation **Operative Dentistry**, v. 33, n. 5, pp. 534-49, 2008. DOI: [10.2341/07-133](https://doi.org/10.2341/07-133).
47. PERDIGAO J, MONTEIRO P, & GOMES G. In vitro enamel sealing of self-etch adhesives **Quintessence International**, v. 40, n. 3, pp. 225-233, 2009.
48. PERDIGÃO J, MUÑOZ MA, SEZINANDO A, LUQUE-MARTINEZ IV, STAICHAK R, REIS A, & LOGUERCIO AD. Immediate adhesive properties to

- dentin and enamel of a universal adhesive associated with a hydrophobic resin coat *Operative Dentistry*, v. 39, n. 5, pp. 489-499, 2014. DOI: [10.2341/13-203-LR](https://doi.org/10.2341/13-203-LR)
49. PERDIGÃO J, SWIFT EJ JR, & LOPES GC. Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives *Quintessence International*, v. 30, n. 12, pp. 819-823, 1999.
50. PLACIDO E, MEIRA JB, LIMA RG, MUENCH A, SOUZA RM, & BALLESTER RY. Shear versus micro-shear bond strength test: a finite element stress analysis *Dental Materials*, v. 23, n. 9, pp. 1086-1092, 2007. DOI: [/10.1016/j.dental.2006.10.002](https://doi.org/10.1016/j.dental.2006.10.002)
51. Prime&Bond universal™ Universal Adhesive. Retrieved online October 22, 2019 from: <https://assets.dentsplysirona.com/flagship/apac/explore/restorative/apac-restoratives-portfolio-update/APAC-Prime&Bonduniversal-IFT&ITG-EN.pdf>
52. REIFEIS PE, COCHRAN MA, & MOORE BK. An in vitro shear bond strength study of enamel/dentin bonding systems on enamel *Operative Dentistry*, v. 20, n. 5, pp. 174-179, 1995.
53. REIS A, ALBUQUERQUE M, PEYORARO M, MATTEI G, BAUER JRDO, GRANDE RHM, 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? *Journal of Dentistry*, v. 36, n. 5, pp. 309-315, 2008. DOI: [10.1016/j.jdent.2008.01.018](https://doi.org/10.1016/j.jdent.2008.01.018)
54. REIS AF, CARRILHO MR, GHANAME E, PEREIRA PN, GIANNINI M, NIKAIIDO T, & TAGAMI J. Effects of water-storage on the physical and ultramorphological features of adhesives and primer/adhesive mixtures *Dental Materials Journal*, v. 29, n. 6 697-705, 2010. DOI: [10.4012/dmj.2009-091](https://doi.org/10.4012/dmj.2009-091)
55. ROULET JF, & VAN MEERBEEK B. Statistics: a nuisance, a tool, or a must? *Journal of Adhesive Dentistry*, v. 9, n. 3, pp. 287-288, 2007. DOI: [10.3290/j.jad.a29842](https://doi.org/10.3290/j.jad.a29842)

56. RUSCHEL VC, SHIBATA S, STOLF SC, CHUNG Y, BARATIERI LN, HEYMANN HO, & WALTER R. Eighteen-month clinical study of universal adhesives in noncarious cervical lesions ***Operative Dentistry***, v. 43, n. 3, pp. 241-249, 2018. DOI: [10.2341/16-320-C](https://doi.org/10.2341/16-320-C)
57. SAIKAEW P, FU J, CHOWDHURY AA, CARVALHO RM, & SANO H. Effect of air-blowing time and long-term storage on bond strength of universal adhesives to dentin ***Clinical Oral Investigations***, v. 23, n. 6, pp. 2629-2635, 2019. DOI: [10.1007/s00784-018-2656-y](https://doi.org/10.1007/s00784-018-2656-y)
58. SCHNEIDER LF, CONSANI S, OGLIARI F, CORRER AB, SORBRINHO LC, & SINHORETI MA. Effect of time and polymerization cycle on the degree of conversion of a resin composite ***Operative Dentistry***, v. 31, n. 4, pp. 489-495, 2006. DOI: <https://doi.org/10.2341/05-81>
59. SEZINANDO A, LUQUE-MARTINEZ I, MUÑOZ MA, REIS A, LOGUERCIO AD, & PERDIGÃO J. Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives ***Dental Materials***, v. 31, n. 10, pp. 236-246, 2015. DOI: [10.1016/j.dental.2015.07.002](https://doi.org/10.1016/j.dental.2015.07.002)
60. SEZINANDO A, PERDIGÃO J, & CEBALLOS L. Long-term in vitro adhesion of polyalkenoate-based adhesives to dentin ***Journal of Adhesive Dentistry***, v. 19, n.4, pp. 305-316, 2017. DOI: [10.3290/j.jad.a38895](https://doi.org/10.3290/j.jad.a38895)
61. SILVA E SOUZA JUNIOR MH, CARNEIRO KGK, LOBATO MF, SILVA E SOUZA PDAR, & GÓES MFD. Adhesive systems: important aspects related to their composition and clinical use ***Journal of Applied Oral Science***, v. 18, n. 3, pp. 207-214, 2010. DOI: [10.1590/s1678-77572010000300002](https://doi.org/10.1590/s1678-77572010000300002)
62. SIQUEIRA FS, CARDENAS AM, OCAMPO JB, HASS V, BANDECA MC, GOMES JC, REIS A, & LOGUERCIO AD. Bonding performance of universal adhesives to eroded dentin ***Journal of Adhesive Dentistry***, v. 20, n. 2, pp. 121-32, 2018. DOI: [10.3290/j.jad.a40300](https://doi.org/10.3290/j.jad.a40300)

63. SWIFT EJ JR, PERDIGÃO J, HEYMANN HO, & RITTER AV. Shear bond strengths of one-bottle adhesives to moist enamel ***Journal of Esthetic and Restorative Dentistry***, v. 11, n. 2, pp. 103-107, 1999.
64. TAKEDA M, TAKAMIZAWA T, IMAI A, SUZUKI T, TSUJIMOTO A, BARKMEIER WW, LATTA MA, & MIYAZAKI M. Immediate enamel bond strength of universal adhesives to unground and ground surfaces in different etching modes ***European Journal of Oral Sciences***, v. 127, n. 4, pp. 351-360, 2019 DOI: [10.1111/eos.12626](https://doi.org/10.1111/eos.12626)
65. TAY FR, & PASHLEY DH. Have dentin adhesives become too hydrophilic? ***Journal of Canadian Dental Association***, v. 69, n. 11, pp. 726-732, 2003.
66. TAY FR, PASHLEY DH, SUH BI, CARVALHO RM, & ITTHAGARUN A. Single-step adhesives are permeable membranes ***Journal of Dentistry*** v. 30, v.7, pp. 371-82, 2002. DOI:10.1016/s0300-5712(02)00064-7.
67. 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 ***Operative Dentistry***, v. 28, n. 3, pp. 215-235, 2003.
68. 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 ***Dental Materials Journal***, v. 24, v. 1, pp.1-13, 2005. DOI: 10.4012/dmj.24.1.
69. VAN MEERBEEK B, WILLEMS G, CELIS JP, ROOS JR, BRAEM M, LAMBRECHTS P, & VANHERLE G. Assessment by nano-indentation of the hardness and elasticity of the resin-dentin bonding area ***Journal of Dental Research***, v. 72, n. 10, pp. 1434-1442, 1993.
DOI: [10.1177/00220345930720101401](https://doi.org/10.1177/00220345930720101401)
70. WORONKO JR GA, ST GERMAIN JR HA, & MEIERS JC. Effect of dentin primer on the shear bond strength between composite resin and enamel ***Operative Dentistry***, v. 21, n. 3, pp. 116-121, 1996.

71. YOSHIHARA K, YOSHIDA Y, HAYAKAWA S, NAGAOKA N, IRIE M, OGAWA T, VAN LANDUYT KL, OSAKA A, SUZUKI K, MINAGI S, & VAN MEERBEEK B. Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin *Acta Biomaterialia*, v. 7, n. 8, pp. 3187-3195, 2011.
DOI: [10.1016/j.actbio.2011.04.026](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2011.04.026)
72. YOSHIHARA K, YOSHIDA Y, NAGAOKA N, FUKEGAWA D, HAYAKAWA S, MINE A, NAKAMURA M, MINAGI S, OSAKA A, SUZUKI K, & VAN MEERBEEK B. Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction *Acta Biomaterialia*, v. 6, n. 9, pp. 3573-3582, 2010. DOI: [10.1016/j.actbio.2010.03.024](https://doi.org/10.1016/j.actbio.2010.03.024)