Leandro Afonso Guimarães

“Avaliação da resistência de união de sistemas adesivos à dentina saturada com água ou etanol ”

Dissertação apresentada à Faculdade de Saúde, da Universidade de Brasília, para obtenção do Título de Mestre em Ciências da Saúde, Área de Concentração em Dentística.

Orientadora: Profa. Dra. Fernanda Cristina Pimentel Garcia

Brasília 2009

Dedico este trabalho,

Aos meus pais, Carlos e Edna, por terem me dado amor e carinho durante toda a vida. Pelo esforço que fizeram para que meu estudo fosse o melhor possível, sacrificando a vida pelos filhos.

À minha esposa, por existir e entender minha ausência, estando sempre ao meu lado, me dando força a cada dia. Ao nosso filho Fernando, tão lindo e carinhoso, que torna nossos dias mais felizes e que me deu a alegria de ser PAI.

Ao meu irmão, companheiro desde sempre.

À minha mais que orientadora Fernanda. Através dela consegui crescer profissionalmente e pessoalmente, pela sua sempre tranquilidade e disponibilidade. Agradeço sua compreensão, paciência, alegria e total prazer em ajudar. Obrigado.

Agradecimentos especiais

À Faculdade de Odontologia da Universidade de Brasília, na pessoa da Dra. Lilian Marly de Paula, que me recebeu para o Estágio de Dentística , na Clínica do HUB, abrindo as portas para o Mestrado.

À companheira de Estágio e Mestrado, Andréia Marsiglio, que esteve sempre pronta para me ajudar. Nunca vi pessoa tão solicita com um colega. A considero como uma Co-Orientadora. Obrigado.

Aos funcionários da Faculdade de Saúde, Sr. Lima, Shirleide, Carla, Daniela e especialmente à duas pessoas: Grayce, sempre simpática e com a maior paciência do mundo com todos e a Glorinha do laboratório, que nos ajuda e apóia muito; além de ter aquele sorriso aberto para todos.

Ao Gustavo, que iniciou e abriu as portas para nossas pesquisas em adesivos. Sempre gentil e prestativo.

Ao Prof. Dr. Alex, que nos ensinou e deixou usar todos os equipamentos para o teste de microtração , em seu laboratório no SG-9. Muito grato.

Ao Prof. Dr. Júlio, pelo interesse e ajuda em todo o processo de pesquisa.

Ao amigo Wilson Alves do Nascimento, que me apresentou a Dra.Lilian, me incentivou e sempre acreditou em mim.

Agradecimentos

Às minhas secretárias do consultório, Bianca e Elizete, que ajudaram e apoiaram sempre.

À minha sogra, Maria Santana, que cuidou muito bem do meu filho e da minha esposa, na minha ausência.

À Dra. Elaine Maia, minha primeira orientadora. Seus ensinamentos estão sempre comigo.

À 3M/ESPE pelos materiais cedidos.

“ O homem não se improvisa, se constrói”

(Aressi)

Resumo e Abstract

Resumo

O objetivo geral deste estudo foi o de avaliar a resistência de união (RU) de sistemas adesivos que empregam condicionamento ácido total à dentina, utilizando-se a técnica úmida com água ou a técnica úmida com etanol. A superfície oclusal de vinte terceiros molares extraídos foi preparada removendo-se o esmalte oclusal junto a superfície esmalte-dentina. A superfície dentinária foi exposta e condicionada com ácido fosfórico a 37% por 15 sec, seguida de lavagem abundante e secagem com papel absorvente. A superfície foi mantida úmida (técnica úmida com água) ou saturada com etanol a 100% por 30 seg. (técnica úmida com etanol). Em seguida foram aplicados os sistemas adesivos de acordo: grupo 1: Adper Single Bond 2-SB (técnica úmida com água); grupo 2: Adper Single Bond 2-SB (técnica úmida com etanol); grupo 3: Scotchbond Multipurpose Plus-SBMP (técnica úmida com água) e grupo 4: Scotcbond Multipurpose Plus-SBMP (técnica úmida com etanol) seguindo a recomendação do fabricante. Foi construída uma coroa de resina composta pela técnica incremental. Após 24 horas de armazenamento em água destilada em estufa (37°C), os espécimes foram preparados para o teste de microtração. Os dados obtidos da RU foram submetidos à análise de variância (ANOVA) a dois critérios (Adesivo x Técnica), seguido do teste de Tukey ($p < 0,05$). Não houve interação entre adesivo e técnica empregada ($p=0,597$).O sistema adesivo SB apresentou maior valor de RU em ambas as técnicas empregadas,úmida com água ou úmida com etanol, comparado ao SBMP ($p<0,05$). Os resultados não mostraram diferenças estatísticas significantes entre as técnicas para ambos os sistemas adesivos empregados ($p>0,05$). Estudos adicionais empregando a técnica úmida com etanol , avaliando a longevidade ,utilizando sistemas adesivos comerciais são necessários.

Abstract

This study examined the immediate resin-dentin bond strength of etch-and-rinse adhesives bonded to acid-etched dentin saturated with water or ethanol. The occlusal one-third of the crown was removed from twenty unerupted human third molars; a uniform smear layer was created with 600 grit SiC. The dentin surface was acid-etched, left moist and saturated with water (water wet-bonding) or ethanol (ethanol wet-bonding). The total-etch adhesives used were: group 1: Adper Single Bond-SB (water wet-bonding) ; group 2: Adper Single Bond-SB (ethanol wet-bonding); group 3: Adper Scothbond Multipurpose-SBMP (water wet-bonding) or group 4: Adper Scothbond Multipurpose-SBMP (ethanol wet-bonding).These adhesives were then applied to both water-and-ethanol saturated dentin according manufacturer's direction. Resin composite buildups were constructed incrementally. After storage in water for 24h at $37^{0,}$ the specimens were prepared for microtensile bond strength (μTBS) testing. Data were analyzed by two-way ANOVA and Tukey Multiple comparison test ($p<0.05$). There was not a statistically significant interaction between adhesive and technique ($p = 0.597$). The highest bond strength values were observed to SB for both water and ethanol-wet-bonding technique ($p<0.05$). For both adhesives there was not difference in bond strength values for water and ethanol-wet bonding ($p>0.05$). The adhesive SB performed better for overall conditions tested compared to SBMP. The ethanol-wet bonding promoted similar immediate bond strengths compared to water-bonding for both adhesives. Further investigations are needed using ethanol-wet bonding to test a long- term bond strengths.

Lista de Abreviaturas, Siglas e Símbolos

RU	Resistência de União
%	Porcentagem
µm	Micrômetro
X	Número de vezes
pH	Potencial Hidrogeniônico
HEMA	Hidróxi-etil-metacrilato
MPa	Megapascal
ml	Mililitros
MEV	Microscopia Eletrônica de Varredura
MET	Microscopia Eletrônica de Tranmissão
mm	Milímetro
cm	Centímetro
µL	Microlitro
RC	Resina Composta
mm“	Milímetro quadrado
SB	Single Bond
SBMP	Scotchbond Multi Purpose Plus
ºC	Graus Celsius
mmHg	Milímetros por Mercúrio
Bis-GMA	Bisfenol-glicidil-metacrilato
Bis-EMA	Bisfenol-etil-metacrilato
TEGDMA	Trielenoglicol de dimetacrilato

KN	Quilo-Newton
Kg	Quilograma
mm/min	Milímetro por minuto
Kgf	Quilograma-força
s	Segundos

Sumário

1- Introdução.....12

2- Revisão da Literatura.....15

3- Capítulo 1- Artigo.....22

4- Considerações Finais.....38

5- Referências Bibliográficas.....41

6- Anexos..... 49

INTRODUÇÃO

1-INTRODUÇÃO:

A busca por melhor entendimento das interações entre os sistemas adesivos e os substratos dentários tem levado a inúmeras pesquisas na área do desenvolvimento de novos materiais e aprimoramento na técnica de confecção das restaurações. No que tange à adesão ao esmalte, esse procedimento é considerado eficiente e estável ao longo do tempo, sendo os resultados previsíveis, pouco influenciados pelas variações de técnica e das características do substrato, já que o esmalte é um substrato homogêneo com baixo conteúdo de água. (NAKABAYASHI, PASHLEY et al., 1998). Por outro lado, a busca por um sistema adesivo que desempenhe uma interação eficaz e durável com o substrato dentinário ainda remanesce como desafio para a odontologia adesiva. (CARVALHO, 1998). Com o intuito de conseguir uma adesão mais efetiva a esse substrato, vários estudos têm sido realizados. LOGUERCIO et al., em 2008, corroboram achados prévios (NAKABAYASHI, N. et al, 1982 ; SWIFT E.J., 1998; VAN MEERBEEK et al, 2003) os quais demonstram a qualidade e estabilidade da interação adesivo-esmalte. Por outro lado CARRILHO et al., em 2005, demonstraram a instabilidade da interface adesiva resina –dentina ao longo do tempo.

A adesão à dentina, ainda representa um desafio para a odontologia adesiva (CARVALHO et al., 2004), por apresentar diferentes características físico-quimicas tais como diferença na permeabilidade de acordo com a disposição e localização dos túbulos dentinários, tipo de dentina; s dentina afetada por cárie, dentina terciária ou dentina secundária.(MARSHALL, 1997). Os procedimentos necessários para se produzir uma união efetiva a esse substrato, induzem à alterações químicas na sua composição no que tange ao conteúdo mineral, sendo que essas alterações podem influenciar na qualidade, na resistência e na durabilidade do processo adesivo (GARCIA, 2005).

A maioria dos sistemas adesivos atuais utiliza a técnica do condicionamento ácido total, sendo necessária à manutenção de uma umidade dentinária para a penetração dos monômeros resinosos presentes nesses sistemas (KANKA, 1992; GWINNETT, 1995). No substrato dentinário, o ácido remove o conteúdo de cálcio, expondo a trama de fibrilas de colágeno onde irá permear os monômeros resinosos (NAKABAYASHI, 1982). Para que ocorra uma correta permeação desses monômeros, foi incorporado a esses sistemas o solvente com a função de remover a água presente entre os espaços interfibrilares. O excesso de água presente no substrato impede uma correta penetração do agente de união, porém a falta de água acaba provocando um colabamento das fibrilas de colágeno, perdendo-se os espaços interfibrilares necessários à permeação dos

monômeros resinosos(TAY.; GWINNETT,; WEI, 1996). Dessa forma, uma quantidade de umidade dentinária é requerida para se alcançar uma união efetiva à dentina (KANCA, 1992, GWINNETT, 1996) sendo dependente do tipo de solvente empregado no sistema adesivo (REIS, A. et al,2004). De forma paradoxa, ao mesmo tempo que a água é requerida para garantir uma união efetiva , ela é considerada como um dos principais mecanismos de degradação das interfaces adesivas ao longo do tempo. Esse mecanismo está relacionado com a ação hidrolítica dos fluidos orais sobre os monômeros resinosos hidrofílicos que compõem a camada híbrida (SHONO et al., 1999; SANO et al.,1999;; SANTERRE et al., 2001; DE MUNCK et al, 2003, REIS et al., 2004, CADENARO, 2009; SHIN et al, 2009, CARVALHO, C.A., 2009, HOSAKA et al. 2009)

A possibilidade de utilizarmos uma técnica adesiva que possibilite a eliminação da água necessária para manutenção dos espaços interfibrilares para permeação dos monômeros resinosos de caráter hidrofóbico nos parece interessante. Como já demonstrado anteriormente em inúmeras pesquisas, não somente a água é capaz de manter as fibrilas de colágeno em uma condição expandida, mas alguns solventes anidros também têm se mostrado eficazes para manter a matriz de dentina desmineralizada, a uma condição semelhante à obtida com a água (PASHLEY et al., 2001;2007; CARVALHO et al., 2003; EDDLESTON et al., 2003). Fica evidente então, que quanto maior a capacidade de expandir a matriz e mantê-la nessa condição, melhor a penetração do adesivo, o que garante uma qualidade adesiva.(BRESCHI, L. et al,2008) .

Entre os solventes anidros, o de maior relevância hoje é o etanol, alvo principal dos novos estudos. Pesquisas recentes têm demonstrado que a umidificação da dentina com etanol permite uma melhor infiltração de monômeros hidrofóbicos, melhorando a qualidade da interface adesiva obtida ao longo do tempo (SHIN et al, 2009. HOSAKA et al, 2009, SADEK et al, em 2006). A técnica úmida com o etanol não vem sido utilizada somente na confecção de restaurações diretas, mas também tem se mostrado promissora para procedimentos indiretos, antes da colocação e cimentação de pinos intraradiculares, aumentando a força de união interna cimento/pino/raiz, conforme mostra um estudo de Carvalho et al, 2009.

Os trabalhos atuais utilizando a técnica úmida com etanol (SHIN et al,2009; HOSAKA et al, 2009, SADEK et al, em 2006) têm se mostrado promissores. Frente a isso, o objetivo do nosso estudo foi o de utilizar a técnica úmida com etanol no substrato dentinário e verificar a sua viabilidade utilizando sistemas adesivos convencionais, Com isso, pretendemos alcançar maior estabilidade da interação adesivo-dentina e a confecção de restaurações adesivas mais duradouras. O emprego de monômeros resinosos hidrofóbicos para a formação da camada híbrida, confere a esta menor susceptibilidade à absorção de água e, conseqüentemente, maior probabilidade de resistir à ação hidrolítica no meio bucal.

REVISÃO DA LITERATURA

2-REVISÃO DE LITERATURA:

A odontologia adesiva tem apresentado uma crescente evolução desde 1955, com a técnica do condicionamento ácido do esmalte preconizada por Buonocore (BUONOCORE, G.M, 1955). A odontologia está baseada primordialmente nos procedimentos adesivos, sendo que se busca uma efetiva união do substrato dentário com o material restaurador. Com esta necessidade, a cada dia aparecem novas pesquisas, buscando um aprimoramento cada vez maior de cada etapa da adesão e de uma maneira específica do próprio sistema adesivo, tentando assegurar uma menor microinfiltração, menor sensibilidade pós-operatória, garantindo restaurações mais duráveis (PASHLEY et al., 2007).

A adesão ao esmalte pode ser considerada um procedimento seguro, reproduzível, e estável, uma vez que a estrutura sólida e homogênea do esmalte, aliada ao seu baixo conteúdo de água, permite que sistemas adesivos hidrófobos possam fluir pelas microporosidades criadas pelo condicionamento ácido, possibilitando uma união efetiva (NAKABAYASHI et al., 1988). O substrato dentinário ainda representa um desafio na obtenção de uma adesão estável ao longo do tempo. (LOGUERCIO et al.,2006). A adesão à dentina é altamente dependente das variações morfo-funcionais e composicionais desse substrato (NAKABAYASHI, KOJIMA, MASHUHARA, 1982). Os aspectos relacionados ao substrato dentinário tais como permeabilidade, composição química, diferença no tamanho e número de túbulos e tipo de dentina (MARSHAL et al., 1997), torna a dentina um substrato heterogêneo e com peculiaridades para se conseguir uma adesão a esse tecido.

2.1-Dentina:

A dentina é formada células denominadas odontoblastos. Estes odontoblastos se diferenciam, produzindo uma matriz orgânica extracelular, que uma vez mineralizada, passa a se chamar dentina (TEN CATE, 2001). Diferente do esmalte, que é formado em 96% por minerais e 4% de água e material orgânico, a dentina é um dos tecidos mais complexos do corpo humano, sendo constituída por 70% de matéria inorgânica, 18% de matéria orgânica e 12% de água. Devido à sua alta densidade e sua constituição mineral, de 30 a 50% do seu volume são ocupados por matéria orgânica, conferindo a água 20% do volume total ocupado (MJOR, 1973). Mais importante do que considerar os percentuais médios de composição é compreender que as características morfofuncionais da dentina variam grandemente de acordo com a região e o tratamento a que é

submetida (CARVALHO et al., 2001). Ao desmineralizarmos a dentina, a concentração de água aumenta cerca de 50 a 70% em volume e isso tem implicação direta nas suas propriedades mecânicas e no processo adesivo (PASHLEY et al., 1994, GARCIA, 2005).

Morfologicamente a dentina é constituída por túbulos dentinários distribuídos de maneira radial, a partir da câmara pulpar até a junção amelodentinária, com forma de um cone. A porção da dentina que é altamente mineralizada é denominada dentina peritubular.

Entre esta área peritubular temos a dentina intertubular, localizada entre os túbulos dentinários, que é constituída por abundante conteúdo orgânico. Em condições normais, os túbulos dentinários encontram-se preenchidos por fluido tissular proveniente da polpa dentária e prolongamentos citoplasmáticos dos odontoblastos, responsáveis pelo mecanismo hidrodinâmico de transmissão de estímulos (NAKABAYASHI et al., 1998). Este mecanismo inclusive é hoje a teoria mais aceita para explicar o fenômeno de sensibilidade pós-operatória, (PASHLEY et al, 2007). Quanto maior a proximidade da junção dentina-esmalte, menor será a quantidade de túbulos dentinários por área delimitada, resultando em uma maior superfície de dentina intertubular. A disposição e formato dos túbulos dentinários determina diferenças significantes entre as regiões da dentina (NAKABAYASHI et al., 1998; PASHLEY et al, 2007). Na proximidade da polpa encontra-se uma dentina predominantemente peritubular enquanto que na superfície a dentina intertubular ocupa 96,2% desta região (GARBEROGLIO et al., 1976; NAKABAYASHI et al., 1998). Esta arquitetura induz variações intertubulares, o que reflete na resistência coesiva da dentina, atuando como um fator determinante na qualidade da interface adesiva obtida com os sistemas adesivos (PASHLEY E CARVALHO, 1997; PASHLEY et al, 2000).

A dentina pode ser classificada de acordo com a sua localização, estrutura, características da matriz e modificações que sofre em resposta à diferentes estímulos. As variações morfológicas mais encontradas em dentina são: dentina esclerótica, dentina terciária reacional, dentina terciária reparativa e a dentina afetada por cárie (DUKE et al., 1991; XU et al., 1998). Todas essas variações estruturais e morfológicas dificultam a adesão de materiais resinosos à esse substrato de maneira efetiva e que garanta a manutenção da interface adesiva estável ao longo do tempo.

2.2-Sistemas adesivos e a hibridização dentinária:

O processo adesivo é um procedimento altamente complexo, quer pela interrelação entre dentina e o material adesivo, quer pela manutenção de uma união estável ao longo do tempo (PASHLEY et al., 2007).

Em Odontologia podemos definir adesão como sendo o processo através do qual unimos materiais restauradores aos substratos dentais. Essa união é conseguida pela aplicação de um agente

intermediário denominado de adesivo dental (NAKABAYASHI, KOJIMA, MASHUHARA, 1982). Adesivos dentais são combinações de monômeros resinosos de diferentes pesos moleculares e viscosidades. A diluição dos monômeros de modo a se atingir a fluidez necessária para aplicação clínica é conseguida pela adição de diluentes resinosos, solventes orgânicos como a acetona e o etanol, além da água que está presente em várias formulações. Os adesivos são constituídos de monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos. Os monômeros hidrofílicos permitem que o adesivo seja compatível com a umidade natural do substrato dentinário, principalmente quando a técnica úmida é empregada, porém, conferem ao material maior propensão à sorção de água, o que pode ser prejudicial para sua estabilidade ao longo do tempo. Os monômeros hidrofóbicos, normalmente de maior peso molecular e mais viscosos, são incorporados para conferir maior resistência mecânica e estabilidade ao produto. Os adesivos dentais da atualidade desenvolvem um mecanismo de retenção micromecânica à dentina, por meio de um processo de hibridização desses substratos. Entretanto há evidências de que alguns componentes dos adesivos possam reagir quimicamente com elementos do substrato dental, sugerindo um adicional mecanismo de retenção química (CARVALHO et al., 2004).

Atualmente, os sistemas adesivos são divididos inicialmente em adesivos convencionais e adesivos autocondicionantes. Os convencionais utilizam o passo operatório de condicionamento ácido prévio da superfície do esmalte e da dentina, separadamente dos outros passos. A classificação dos adesivos em número de passos operatórios foi introduzida por VAN MEERBEEK, em 2000. Dessa forma, os adesivos podem ser divididos em convencionais de 3 passos, com o ataque ácido, seguido do uso do *primer* e em seguida do adesivo, ou de 2 passos, com ataque ácido, seguido pela aplicação do *primer*/adesivo retirados de um único frasco. Os sistemas adesivos autocondicionantes não requerem a aplicação isolada do ácido. Estes adesivos incorporam em sua formulação monômeros resinosos ácidos que simultaneamente desmineralizam e infiltram os tecidos dentais. Como os próprios monômeros criam sua via de infiltração, estes não devem ser lavados da superfície após a aplicação.(CARVALHO et al., 2004). Estes podem ser divididos em adesivo autocondicionante de dois passos, com *primer* ácido, seguido do adesivo, ou autocondicionante de 1 passo, sendo que o *primer* ácido e o adesivo são colocados em um único frasco, separados internamente.A mistura ocorrerá no momento da aplicação.

3.3- A relação dos solventes com o processo de hibridização dentinária

Estudos que abordam a longevidade da interface adesiva têm apontado para o melhor desempenho dos adesivos convencionais de 3 passos, seguidos dos autocondicionantes de 2 passos (De MUNCK et al, 2005; BRESCHI et al., 2008). Para assegurar uma união efetiva dos sistemas

que empregam o condicionamento ácido prévio da dentina, faz-se necessário a manutenção de uma certa umidade dentinária, após a etapa de condicionamento, que pode ser manipulada de acordo com o tipo de solvente presente nos adesivos (REIS, A. et al., 2004) A técnica utilizada para esses sistemas é a denominada técnica úmida de adesão. (KANKA et al., 1992, 1996; SHONO et al.,1999, TAY et al, 2000;). Por outro lado, o excesso de umidade na dentina é indesejável, uma vez que isto poderia atrapalhar tanto a adesão, quanto a polimerização da resina ou cimento resinoso, comprometendo a hibridização (TAY, F.R.; GWINNETT, J.A.;WEI,H.Y., 1996; SANTERRE, J.P.; SHAJII,L. LEUNG, B.W., 2001). A remoção da água dos espaços interfibrilares ocorre por um processo de desidratação química, liderada pelos solventes anidros contidos nos sistemas adesivos; como por exemplo a acetona e o álcool. (CARVALHO et al., 1998). Quando aplicado sobre a superfície úmida da dentina, os solventes rapidamente se misturam com a água e carregam para a intimidade da matriz os monômeros hidrofílicos. Após a saturação da superfície, a mistura de solvente com água será eliminada por evaporação. Sempre importante lembrar que quanto mais rápida esta evaporação, melhor a penetração do adesivo. Dois fenômenos se contrapõem à completa evaporação da mistura solvente/água: colapso parcial da matriz desmineralizada causado pelos solventes e monômeros, e redução da pressão de vapor da água causada pelo aumento da concentração de monômero (CARVALHO et al., 2004)

O colapso da matriz ocorre na ausência de água ou qualquer mistura devido ao estabelecimento de ligações do tipo pontes de hidrogênio (P-H) entre os peptídeos das fibrilas de colágeno. Dessa forma, há uma aproximação interfibrilar pelo estabelecimento das ligações, dificultando a penetração do sistema adesivo por entre os espaços interfibrilares, levando a uma diminuição da adesão (PASHLEY et al., 2001). Outro desafio da Odontologia adesiva, é a re-expansão da matriz de dentina. Para que ocorra ruptura das ligações entre as fibrilas de colágeno e conseqüente re-expansão da matriz de dentina, as soluções aplicadas sobre a superfície deverão ter uma capacidade de romper essas ligações. A energia necessária para que ocorra esse fenômeno é definida como parâmetro de solubilidade. (BARTON, A.F.N, 1975). Em um estudo de PASHLEY et al. (2001) ranquearam diferentes solventes anidros em relação às suas capacidades de re-expandir a matriz de dentina desmineralizada e desidratada. Nesse estudo, todos os solventes com parâmetro de solubilidade para formação de P-H superior a 19 $(J/cm^3)^{1/2}$ foram capazes de re-expandir a matriz. Dentre esses, aqueles com maiores valores de parâmetro de solubilidade, particularmente o etanol, induziram uma re-expansão volumétrica semelhante à obtida pela água, embora em menor velocidade. PASHLEY et al. (2007) em um trabalho de revisão sobre as interações entre a matriz dentinária e os solventes, mostraram resultados favoráveis quando do uso do etanol.

A água é o solvente com maior valor de parâmetro de solubilidade entre todos os solventes, portanto com capacidade de manter as fibrilas em uma condição expandida. Entretanto, se

aplicarmos sobre a dentina úmida qualquer substância que possua um valor parâmetro de solubilidade menor do que a água ocorrerá uma contração da matriz, prejudicando a difusão do adesivo pelas fibrilas (PASHLEY et al., 2007).

Outro fator importante é a necessidade de se evaporar os solventes presentes nos sistemas adesivos após a sua ação de remoção da água dos espaços interfibrilares e permeação dos monômeros resinosos por entre as fibrilas. A manutenção do solvente residual leva a obtenção de um polímero com menores propriedades mecânicas (CARRILHO, M.R.O. et al., 2003).Quando se aplica o sistema adesivo sobre a dentina úmida, os solventes orgânicos (etanol, acetona, por exemplo) se misturam com a água e favorecem sua evaporação rapidamente. Conforme os solventes se evaporam da superfície, a concentração de monômeros resinosos aumenta proporcionalmente à quantidade de solvente que se evapora, o que dificulta a remoção dos traços residuais de solvente (PASHLEY et al., 1998).

2.4- A umidade dentinária e o procedimento adesivo

De uma forma indireta, o estudo de Carvalho, Yoshiyama, Pashley (1996), sugere que a água é um agente promotor da quebra das ligações intermoleculares da matriz de colágeno e facilitador da sua própria ligação com estas moléculas. A razão é baseada no fato de que, em uma condição hidratada, o arranjo molecular das fibrilas de colágeno permite a ocorrência de espaços necessários à infiltração dos monômeros, o que não ocorre em uma condição desidratada, permitindo o estabelecimento de uma adesão favorável (SASAKI, N.,1999, SADEK et al., 2006; SHIN et al., 2009). Porém, há uma concentração crítica de água necessária (PERDIGAO, J.; FRANKERBERG, R., 2001) para diminuir o módulo de elasticidade das fibrilas, permitindo a expansão do colágeno ao seu nível original. De forma que, as soluções quando aplicadas sobre a matriz desidratada, induzem diferentes graus de re-expansão de acordo com o seu parâmetro de solubilidade para formação de ligações do tipo ponte de hidrogênio (δ_h) (PASHLEY et al., 2001, PASHLEY et al., 2003; EDDLESTON et al., 2003).

Idealmente, os solventes tem como papel principal levar os monômeros para o interior da matriz de dentina desmineralizada, mantendo todos os espaços interfibrilares expandidos. Para que isso ocorra, a expectativa é que eles previnam o desenvolvimento de ligações do tipo P-H interpeptídeos, para a ligação preferencial com as moléculas de água. Essa capacidade parece estar relacionada também com a mistura de co-monômeros presentes nos sistemas adesivos (PASHLEY et al., 2001, 2003). Um aspecto importante observado é que a utilização de sistemas adesivos atuais cada vez mais hidrofílicos, compatíveis com a umidade natural do substrato, pode induzir maior absorção de água, levando à deterioração da interface adesiva (SANTERRE et al., 2001).

Uma alternativa para se garantir uma maior longevidade da interface adesiva, seria a utilização de sistemas adesivos mais hidrofóbicos (PASHLEY et al., 2006), mas para isso deveríamos eliminar a água presente entre as fibrilas sem causar o colapso das mesmas. A possibilidade de mantermos a matriz de dentina desmineralizada úmida com um solvente anidro é interessante (PASHLEY et al., 2007; CARVALHO et al., 2008, SADEK et al., 2006; SHIN et al., 2009), baseada no principal mecanismo de degradação da interface adesiva, a ação hidrolítica dos fluídos bucais sobre a porção resinosa da camada híbrida (INOUE, S. et al., 2005) .Vale lembrar que estudos que avaliam a longo prazo a técnica úmida com água têm mostrado uma considerável perda na resistência de união (GARCIA, R.N.; De GOES, M.F.; GIANNINI, M., 2007**;** ABDALLA, A.I.e FEILZER, A.J., 2008). Por outro lado, estudos recentes têm apontado para o uso de uma técnica úmida utilizando etanol a 100% para saturar o substrato dentinário com resultados promissores de resistência de união tanto imediata quanto a longo prazo (SADEK et al., 2006; MANSO et al., 2007; PASHLEY et al., 2007; CARVALHO et al., 2008, SHIN et al., 2009)

Pelo exposto, a compreensão dos fenômenos envolvidos no contexto prático do processo adesivo os torna indissociáveis do substrato dentinário e de fundamental importância para o desenvolvimento de sistemas adesivos que sejam compatíveis com esse substrato e que possam estabelecer ligações adesivas mais duradouras.

CAPÍTULO 1

Bond strength of etch-and-rinse systems to water and ethanol-saturated acid-etched dentin

Artigo enviado para a revista Dental Materials

Leandro A. Guimarães[a]; Andréia A. Marsiglio[b]; Júlio C. F. Almeida[c]; Linda Wang[d]; An Tien [e]; Lílian M. De Paula[f]; Marcela Rocha de Oliveira Carrilho[g] ; Fernanda C. P. Garcia[f]

[a] *DDS, MsC student of health's science program, University of Brasília-UnB, Brasilia, DF, Brazil,*

[b] *DDS, MsC, professor, Faculty of Dentistry,University of Catolic-UCB, Brasilia, DF, Brazil,*

[c] *DDS, MsC, PhD, Universitary Hospital of Brasília-HUB, University of Brasília-UnB, Brasilia, DF, Brazil,*

[d] *DDS, PhD, professor Department of Operative Dentistry, Bauru School of Dentistry, University of São Paulo, Bauru, SP, Brazil,*

[e] *DDS, PhD, private practice dentist, Brasilia, DF,Brazil,*

[f] *DDS, PhD, professor, Department of Dentistry, Faculty of Health's Science,University of Brasilia,-UnB, Brasilia, DF, Brazil,*

[g] *DDS, PhD, professor, Department of Restorative Dentistry, Dental Materials Area, GEO/Bandeirante University of São Paulo, São Paulo, SP,Brazil.*

Corresponding author**:** Fernanda C. P. Garcia

QRSW 05 Bloco B3 Apto 302, Sudoeste

Brasilia, DF, Brazil, CEP 70675523

Phone : 55 61 8112 7078

Fax : 55 61 3372 1055

Email: garciafcp@unb.br

ABSTRACT

Objectives: This study examined the immediate resin-dentin bond strength of total-etch adhesives bonded to acid-etched dentin saturated with water or ethanol. The null hypotheses are: 1- There is no difference between water or ethanol wet-bonding technique by means of bond strength to dentin; 2- There is no difference between water or water-ethanol adhesive etch-and-rinse systems in bond strength to dentin. ***Methods*****:** The occlusal one-third of the crown was removed from twenty unerupted human third molars; a uniform smear layer was created with 600 grit SiC abrasion paper disks. The dentin surface was acid-etched, left moist and randomly assigned to be saturated with water (water wet-bonding) or ethanol (ethanol wet-bonding). In sequence, teeth of both conditions were treated with one of the total-etch adhesives: three step water-based (Adper Scothbond Multipurpose-SBMP) or a two-step ethanol-based system (Adper Single Bond-SB). Resin composite buildups were constructed incrementally. After storage in water for 24h at 37,^{0}C the specimens were prepared for microtensile bond strength (μTBS) testing. Data were analyzed by two-way ANOVA and Tukey Multiple comparison test ($p<0.05$). ***Results:*** The anticipated null hypothesis was partially accepted. For both adhesives there was not difference in bond strength values for water and ethanol-wet bonding ($p>0.05$). The highest bond strength values were observed to SB for both water and ethanol-wet-bonding technique ($p<0.05$). There was not a statistically significant interaction between adhesive and technique ($p = 0.597$). ***Conclusions:*** The ethanol-wet bonding promoted similar immediate bond strengths compared to water-wet bonding for both adhesives. The ethanol-based adhesive performed better for overall conditions tested. Further investigations are needed using ethanol-wet bonding to test long- term bond strengths.

Key words: Adhesives, ethanol, bond strength

INTRODUCTION

The wet-bonding technique has been regarded as being the main protocol to bond etch-and-rinse adhesive systems to dentin [1,2,3]. In these adhesive systems, hydrophilic monomers are mixed with organic solvents, such as acetone and ethanol, to displace water from demineralized collagen matrix and, consequently, to facilitate monomers diffusion in order to improve bond strength[4,5,6,7,8,9].

However, several studies has been demonstrated that the monomer infiltration is incomplete[10,11].. The major concern relies on the hydrophilicity of monomers, which create a porous hybrid layer more prone to water sorption and solubility (12,13]. These features facilitate the leachable monomers to reach pulp tissue trough intertubular dentin and/or tubules and, consequently highlighting the citotoxicity potential to compromise the overall bonding procedure over time [10,14;15,16; 17].

Hydrophobic resins have been shown strong evidences of higher stiffness and greater stability in aqueous environment, thus improving durability of the adhesive interface when compared to hydrophilic ones [18,19,20,21]. Recently, it was proposed to replace residual water in demineralized dentine matrix prior to the adhesive application with ethanol to coax hydrophobic monomers into the ethanol saturated dentin [21,22;24;25,26,27,28,29]. The goal of this technique is displace the residual water with ethanol, leaving the unsupported collagen fibrils in an ethanol-moist allowing relatively hydrophobic resin to penetrate the substrate [22,29,30]. Presumably, if dentin were bonded with more hydrophobic resins, they would absorb less water, plasticize less and produce more durable bonds [18,20]. Despite the promising findings of the ethanol wet bonding technique in coronal [22,23,25,26,27,31] and intraradicular dentin[28], little is known regarding this technique using total-etch systems.

In order to facilitate the clinical procedure, in this study the ethanol-wet bonding technique was evaluated using commercially available ethanol and water etch-and-rinse based adhesive systems. Therefore the purpose of this study was to evaluate the effectiveness of three and two steps etch-and-rinse adhesive systems applied in water or ethanol-wet bonding technique. The null hypothesis tested was that there is no difference in μTBS for adhesives to coronal dentine, compared to ethanol wet-bonding versus the water-wet bonding technique.

MATERIALS AND METHODS

Experimental design

This *in vitro* study involved two factors: wet-bonding technique in two levels (water or ethanol) and materials also in two levels (three-step water-based conventional or two-step water and ethanol-based conventional adhesive system).

Specimen preparation

Twenty noncarious unerupted human third-molars were collected after patient's agreement, under a protocol approved by the Institutional Review Board of the University of Brasília. Teeth

were stored in saline solution containing 0.1% thymol at 4^0C to prevent bacteria growth within 6 month after extraction [52].

The roots of the teeth were removed 2-3mm below cement-enamel junction using a low-speed diamond saw (EXTEC Diamond Wafering Blade, High Concentration, Einfield ,USA) under water-cooling. Occlusal enamel and superficial dentin were sectioned out and deep flat dentin were exposed reaching 2 mm above the cementoenamel junction. Total removal of enamel was attested using a light microscope. Dentin surfaces were polished with #600-grit silicon carbide paper under water to create a standardized smear layer. Following, each exposed surface was acid-etched for 15s with 37% phosphoric acid and rinsed with water for 15s. Then the samples were randomly assigned into two techniques:

Water-wet bonding technique: excess water was removed from the surface with absorbing paper and the dentin remained moist;

Ethanol-wet bonding technique: after acid-etching and rinsing the demineralized dentin, the surface was treated with 100% ethanol. The ethanol was applied to dentin using a microbrush to cover dentin surface for 30 sec in order to replace 100% water that saturated the demineralized dentin matrix. Special care was taken to ensure that the dentin surface was always keeping visibly moist. Excess of ethanol was removed from the surface using the same absorbing paper while keeping the dentin moist.

The adhesives employed were an three step water-based system- ScotchBond Multipurpose Plus (3M/ESPE, St.Paul,MN,USA) or a two step ethanol-water based system-Adper Single Bond 2 (3M/ESPE,St.Paul,MN,USA) (Table 1). The etch-and-rinse adhesive systems were applied over dentin surface in both water and ethanol-bonding technique according to manufacturers directions and light cured using a halogen light curing unit (Demetron-Kerr Corp, Washington, USA) with a power output of 500 mw/cm^2 for 20 sec. Resin composite build-ups of 4 mm in height were made handly with 2-mm increments of Filtek Z350 (3M/ESPE,St.Paul,MN,USA). Each layer was light-cured for 40 sec using the same light-curing unit. The bonded teeth were stored in distilled water at 37 ^{0}C for 24 h before being tested.

Microtensile bond strength test

The bonded teeth were longitudinally sectioned in both ‘‘x’’ and ‘‘y’’ directions across the bonded interface using an Isomet saw (Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) with cross-sectional area of approximately 1.2mm^2 [36]. Each beam was attached to a modified Bencor Multi-T testing apparatus (Danville Engineering with a cyanoacrylate resin (Superbonder Gel – Loctite-Henkel, Brazil) and tested in tension in a universal testing machine (MTS, 810,Eden Prairie, USA)

operating at a crosshead speed of 0.5 mm/ min. After testing, the cross-sectional area at the site of fracture was measured with a digital caliper (PANTEC, Panambra, Brasil) accurate to the nearest 0.01mm to permit calculation of bond strengths in megapascal (MPa) [51]. Pre-test failures were not noted. The fractured surfaces were analyzed with a 40x magnified optical microscope (Academic 700, Quimis, São Paulo, Brazil). Failure mode patterns were classified in: A=adhesive between dentin and adhesive system; M=mixed and C=cohesive in resin composite or dentin

Statistical Analysis

As a normal distribution of averages was verified, data was submitted to two-way analysis of variance ANOVA to detect any statistical differences. The Tukey test was used to analyze differences between the adhesive vs. water or ethanol wet-bonding technique. Significance level was pre set at a = 0.05.

RESULTS

The bond strength values values (in MPa) for all tested groups are summarized in table 1. The highest bond strength values were observed to SB in water and ethanol-wet-bonding technique ($p<0.05$). For both adhesives there was no difference in bond strength values for water and ethanol-wet bonding ($p>0.05$). There was not a statistically significant interaction between adhesive and technique ($p = 0.597$).

DISCUSSION

The results of this study warrant acceptation of the null hypothesis that there is no difference between water and ethanol-wet bonding technique. The experimental bonding technique (ethanol-wet bonding) did not improve bond strength to any of the subsequent dentin bonding system applied to dentin. This finding corroborated to another study that there is no difference in bond strength values for conventional (water-wet bonding) and wet-ethanol bonding technique [32].

In water-wet bonding technique, the etched dentine was saturated with water ($\delta_h=40.4(J/cm^3)^{1/2}$), which is able to break interpeptide H-bonds and allows expansion of the dentine matrix [22,33,34,35]. As these fibrils are intrinsically wet, their expected full impregnation

using hydrophilic monomers such as HEMA, may be achieved adequately. For this reason, manufacturers blended hydrophilic monomers within the adhesive formulations so as to promote bonding impregnation in a reasonable clinical time[28]. The inclusion of different solvents (i.e. water, acetone or ethanol) in adhesive systems facilitates the water substitution within interfibrillar spaces during monomer penetration [35,37]. On the other hand, as more solvent and hydrophilic monomers are included in adhesive formulations, more polymers is prone to water degradation and water sorption ,[20,12, resin leaching[37] and other water phenomena that weaken the polymers structure leading to adhesive interface to failure[19,38].

In ethanol-wet bonding technique, the etched dentine was treated with a large excess of 100% ethanol for 30sec long duration to create ethanol-saturated dentin. Time of saturation varies extensively as previously reported as 15 sec [26], 20 sec [25], 1 min [27,28], or using a series of ethanol increasing ethanol concentration [24,31] for 30 sec. To test our hypotheses, 30 sec seems to be reasonable to ethanol saturation of the interfibrillar spaces in a clinically accepted time.

It is important to consider that treatment of acid-etched dentine with 100% ethanol causes a 15% shrinkage in the matrix[39], by allowing the formation of some matrix interpeptide H-bonds. This effect stiffens the matrix, preventing further additional shrinkage during resin infiltration. [40,41].

When the adhesives were applied to ethanol-saturated dentine in the current study, the bond strengths produced by these systems were similar when compared to conventional technique. We speculate that the optimal wetting of collagen fibrils by the adhesives occurs when the polar surface-free energy components are similar (barton, 1991). According Nishitani et al., 2006, the solubility parameter for polar forces (δ_p) for ethanol-saturated dentine was 12.5 $(J/cm^3)^{1/2}$, which may be closer to the adhesives tested (data not shown). The closer the solubility parameter of monomer is to polymers, better they are to swell or wet the polymers [42]. Thus, the similar results of μTBS for both wet-bonding technique may be due to the ability of both solvents to wet and to promote monomer penetration into demineralized collagen fibrils [43]. In this approach, it had been

demonstrated that in ethanol-saturated dentine, the diameter of collagen fibrils is smaller than those in water-saturated dentine, leaving larger interfibrillar spaces available for monomer impregnation [25]. As higher bond strength is correlated as wider interfibrilllar spaces [43], the use of ethanol can increase bond strength [35]. If ethanol is used to saturated dentine matrices instead of water, dimetathacrylates like BisGMA may be able to diffuse into demineralized into ethanol interfibrillar spaces to reach hybrid layer and produce more reliable mechanical properties [39].

Our results revealed that ethanol-wet-bonding technique could also be used to bond resin-based materials to dentin using commercial etch-and-rinse systems such as SBMP and SB. A reasonable explanation to the absent of differences on the effect of SB and SBMP to the ethanol pre treatment could be related to HEMA and BisGMA composition presented in both formulations.

Most dental conventional adhesives contain monomers that were soluble in ethanol. With ethanol filling the collagen fibrils, the dentine matrix becomes more hydrophobic and more stable over time [31].

Even no improvement was detected using ethanol-bonding wet technique, it has to be considered that indeed, recent studies demonstrated that dentine endogeneous MMPs(Multiproteins) are present within dentine matrices and may be activated in the presence of water after the adhesive application [44,45]. Consequently, the use of the ethanol to replace water might enhance bond strengths for all adhesives over time [28].

Thus, the overall bond strength value was higher to SB compared to SBMP. In concert, these results determine the rejection of the second anticipated hypothesis. Recent studies had been demonstrated that the adhesive blends containing water-based solvents, since SBMP, could jeopardize the adhesive interface as a result of phase separation and inadequate solvent evaporation [9,46]. In a recent laboratorial study it was demonstrated that residual unevaporated water/solvent mixture entrapped within adhesive interface might be the major factor in blister/droplets formation, rendered less stable bonds over time [47].

The control of dentine humidity during wet-bonding technique for conventional adhesives systems is dependent of type of solvent within adhesive formulation [48]. The control of water humidity in substrate is difficult to be achieved, thus this clinical step represents a critical aspect [49]. Indeed, the use of etch-and-rinse adhesives involves a degree of technique sensitivity that may compromise bonding efficacy and marginal seal of these adhesives[50]. Although the use of ethanol-wet-bonding technique increases one step procedure, it may reduce the technique sensitivity related to operator when the SB and SBMP are used.

The results of this study demonstrate that wet-bonding technique using ethanol instead of water enhances the bond strength with associated use o with water and water-ethanol based etch-and-rinse systems. This new wet bonding technique may successfully coax more hydrophobic monomers in dentine matrix, thereby creating more hydrophobic hybrid layers that less susceptible to hydrolysis over time [18,27].

CONCLUSION

The following conclusions can be drawn from these results:

1) The ethanol-wet bonding promoted similar bond strength values compared to water-wet bonding technique.
2) The ethanol-based adhesive performed better than water-based system in both water and ethanol bonding techniques;

The use of ethanol-wet bonding technique for replace water in bonding procedures remains unclear. Further investigations are required to evaluate the long-term durability of the ethanol-wet technique using commercially adhesives.

ACKNOWLEDGMENTS: This study was partially supported by grants from FAPESP 07/54618-4, CNPq 473164/2007-8 and 300615/2007-8 (P.I. Marcela Carrilho) and CAPES/REUNI(Leandro Guimarães), Brazil. 3M Dental products donated the adhesives used in this study. The authors would like to acknowledge Dr. José Alexander Araújo from University of Brasília, department of mechanical engineer, for scientific suggestions.

REFERENCES

[1] Kanca III, J. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. Am J. Dent, 1992; 5: 213-15.

[2] Gwinnett, JA, Tay Fr, Pang Km, Wei SH. Comparison of three methods critical evaluation of microleakage along restorative interfaces. J Prosthet Dent, 1995 Dec;74(6): 575-85.

[3] Perdigão J, Carmo AR, Geraldeli S, Dutra HR, Masuda MS. Six-month clinical evaluation of two dentin adhesives applied on dry vs moist dentin. J Adhes Dent. 2001 Winter;3(4):343-52.

[4] Eick JD, Robinson SJ, Chapell R, Cobb CM. Current concepts on adhesion to dentin. Crit Rev Oral Biol Med. 1997;8(3):306-35. Review.

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

[6] Pashley DH, Carvalho RM. Dentine permeability and dentine adhesion. J Dent. 1997 Sep;25(5):355-72.

[7] Hitmi L, Bouter D, Degrange M. Influence of drying and HEMA treatment on dentin wettability.Dent Mater. 2002 Nov;18(7):503-11.

[8] Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, et al. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. Biomaterials. 2005 Dec;26(34):6863-72.

[9] Garcia FC, Wang L, Pereira LC, de Andrade E Silva SM, Júnior LM, de Oliveira Carrilho MR. Influences of surface and solvent on retention of HEMA/mixture components after evaporation. J Dent. 2009 Sep 6.(Epub ahead of print).

[10] Wang Y, Spencer P. Quantifying adhesive penetration in adhesive/dentin interface using confocal Raman microspectroscopy. J Biomed Mater Res. 2002 Jan;59(1):46-55.

[11] De Munck J, Vargas M, Van Landuyt K, Hikita K, Lambrechts P, Van Meerbeek B.Bonding of an auto-adhesive luting material to enamel and dentin. Dent Mater. 2004 Dec;20(10):963-71.

[12] Fabre HS, Fabre S, Cefaly DF, de Oliveira Carrilho MR, Garcia FC, Wang L. Water sorption and solubility of dentin bonding agents light-cured with different light sources J Dent. 2007 Mar;35(3):253-8. Epub 2006 Oct 12.

[13] Malacarne et al. Effects of ethanol addition on the water sorption/solubility and percent conversion of comonomers in model dental adhesives Dental Materials Oct;25(10):1275-84. Epub 2009 Jul 9.

[14] Paul SJ, Welter DA, Ghazi M, Pashley D. Nanoleakage at the dentin adhesive interface vs microtensile bond strength.Oper Dent. 1999 May-Jun;24(3):181-8.

[15] Hashimoto M, Ohno H, Endo K, Kaga M, Sano H, Oguchi H. The effect of hybrid layer thickness on bond strength: demineralized dentin zone of the hybrid layer. Dent Mater. 2000 Nov;16(6):406-11.

[16] De Munck, J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K et al. Four-year degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. J Dent Res, 2003 Feb;82(2),:136-40.

[17] Ma S, Nakajima KF, Nishiyama N. Effects of storage temperature on the shelf life of one-step and two step self-etch adhesives. Oper. Dent. 2009 Jul-Aug;34(4): 472-80.

[18] Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, et al. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. Biomaterials 2005;26:6449-59.

[19] Carrilho MR, Carvalho RM, Tay FR, Pashley DH. Effects of storage media on mechanical properties of adhesive systems.Am J Dent. 2004 Apr;17(2):104-8.

[20] Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. Dent Mater. 2006 Oct;22(10):973-80. Epub 2006 Jan 6.

[21] Braschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cdenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. Dent Mater. 2008 Jan;24(1):90-101. Epub 2007 Apr 17. Review.

[22] Nishitani Y, Yoshiyama M, Donnelly AM, Agee KA, Sword J, Tay FR et al.Effects of resin hydrophilicity on dentin bond strength. J Debt Res. 2006 Nov;85(11):1016-21.

[23] Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM, Rueggeberg FA, Agee KA, Carrilho M. From dry bonding to water-wet bonding to ethanol-wet bonding. A review of the interactions between dentin matrix and solvated resins using a macromodel of the hybrid layer. Am J Dent. 2007 Feb;20(1):7-20.

[24] Sadek FT, Pashley DH, Nishitani Y, Carrilho MR, Donnelly A, Ferrari M.et al. Application of hydrophobic resin adhesives to acid-etched dentin with an alternative wet bonding technique.J Biomed Mater Res A. 2008 Jan;84(1):19-29

[25] Tay FR, Pashley DH, Kapur RR, Carrilho MR, Hur YB, Garrett LV et al. Bonding BisGMA to dentin-a proof of concept for hydrophobic dentin bonding. J Dent Res. 2007 Nov;86(11):1034-9.

[26] Shin, X. Morphological and chemical characterization of bonding hydrofobic adhesive to dentin using ethanol wet bonding technique. **Dent Mater**, 25, 2009.

[27] Hosaka K, Nishitani Y, Tagami J, Yoshiyama M, Brackett WW, Agee KA et al. Durability of resin-dentin bonds to water-vs.ethanol-saturated dentin. J Dent Res. 2009 Feb;88(2):146-51.

[28] Carvalho CA, Cantoro A, Mazzoni A, Goracci C, Breschi L, Ferrari M.
Effect of ethanol application on post-luting to intraradicular dentine. Int Endod J. 2009 Feb;42(2):129-35.

[29] Cadenaro M, Breschi L, Rueggeberg FA, Agee K, Di Lenarda R, Carrilho M et al. Effect of adhesive hydrophilicity and curing time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin.Dent Mater. 2009 Jan;25(1):39-47. Epub 2008 Jun 20.

[30] Sauro S, Watson TF, Mannocci F, Miyake K, Huffman BP, Tay FR, Pashley DH Two-photon laser confocal microscopy of micropermeability of resin-dentin bonds made with water or ethanol wet bonding. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2009 Jul;90(1):327-37.

[31] Sadek FT, Pashley DH, Ferrari M, Tay FR. Tubular occlusion optimizes bonding of hydrophobic resins to dentin. J Dent Res. 2007 Jun;86(6):524-8.

[32] Ounsi HF, Salameh Z, Carvalho CA, Cantoro A, Grandini S, Ferrari M. Bond Strength of Composite Core Build-up Materials to Fiber-reinforced Posts: A Microtensile Comparison Between Conventional and Wet-ethanol Bonding Systems**.** J Adhes Dent. 2009 Oct;11(5):375-80.

[33] Pashley DH, Agee KA, Nakajima M, Tay FR, Carvalho RM, Terada RS et al. Solvent-induced dimensional changes in EDTA-demineralized dentin matrix. J Biomed Mater Res. 2001 Aug;56(2):273-81.

[34] Nakajima M, Okuda M, Pereira PN, Tagami J, Pashley DH. Dimensional changes and ultimate tensile strengths of wet decalcified dentin applied with one-bottle adhesives Dent Mater. 2002 Dec;18(8):603-8.

[35] Eddleston CL, Hindle AR, Agee KA, Carvalho RM, Tay FR, Rueggeberg FA et al. Dimensional changes in acid-demineralized dentin matrices following the use of HEMA-water versus HEMA-alcohol primers. J Biomed Mater Res A. 2003 Dec 1;67(3):900-7.

[36] Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, et al. The microtensile bond test: a review. J Adhes Dent. 1999 Winter;1(4):299-309.

[37] Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. Crit Rev Oral Biol Med. 2001;12(2):136-51. Review.

[38] Manso AP, Bedran-Russo AK, Suth B, Pashley DH, Carvalho, RM 2009. Mechanical stability of adhesives under water storage. Dent Mater. 2009 Jun;25(6):744-9. Epub 2009 Feb 5.

[39] Becker TD, Agee KA, Joyce AP, Rueggeberg FA, Borke JL, Waller JL et al. Infiltration/evaporation-induced shrinkage of demineralized dentin by solvated model adhesives.J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2007 Jan;80(1):156-65.

[40] Carvalho RM, Mendonça JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin.J Dent Res. 2003 Aug;82(8):597-601.

[41] Garcia FC, Otsuki M, Pashley DH, Tay FR, Carvalho RM. Effects of solvents on the early stage stiffening rate of demineralized dentin matrix. J Dent. 2005 May;33(5):371-7. Epub 2004 Dec 13.

[42] Barton, AFM. CRC handbook of solubility parameters and other cohesive parameters. USA, CRC Press, Boca Raton, 1991.

[43] Asmussen E, Peutzfeldt A. Resin composites: strength of the bond to dentin versus surface energy parameters. Dent Mater. 2005 Nov;21(11):1039-43.

[44] Pashley DH ,Tay FR, Yiu C, Hashimoto M, Breschi L, Carvalho RM. et al. Collagen degradation by host-derived enzymes during aging**.** J Dent Res. 2004 Mar;83(3):216-21.

[45] Mazzoni A, Pashley DH, Nishitani Y, Breschi L, Mannello F, Tjäderhane L. et al. Reactivation of inactivated endogenous proteolytic activities in phosphoric acid-etched dentine by etch-and-rinse adhesives. Biomaterials. 2006 Sep;27(25):4470-6. Epub 2006 May 9.

[46] Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y.et al. Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. J Dent Res.2005 Feb;84(2):183-8.

[47] Ferrari M, Coniglio I, Magni E, Gallina G, Prati C, Breschi L How can droplets formation occur in endodontically treated teeth during bonding procedures. J Adhes Dent. 2008 Jun;10 (3): 211–8.

[48] 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 Fall;5(3):183-92.

[49] Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentine interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. Dent Mater. 2004 Sep;20(7):669-76.

[50] Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, de Gee AJ, Feilzer AJ, Sano H, Kaga M, Pashley DH. The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. Dent Mater. 2006 Jun;22(6):560-8. Epub 2005 Nov 14.

[51] Sano H, Yoshikawa T, Pereira PN, Kanemura N, Morigami M, Tagami J. et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, *in vivo.* J Dent Res. 1999 Apr;78(4):906-11.

[52] Giannini M, Seixas CA, Reis AF, Pimenta LA. Six-month storage-time evaluation of one-bottle adhesives systems to dentin. J Esthet Restor Dent, 2003;15(1):43-8; discussion 49.

Table 1-Chemical composition of the adhesives applied

Adhesives Systems//bath numbers	**Composition**
Adper Single Bond 2 (7KP)	Ethanol, BisGMA, HEMA, Dimethacrylates,Polyalkenoic Acid Copolymer; Water
Scotch Bond Multipurpose Plus (6BC)	**Primer:** aqueous solution of HEMA and a polyalkenoic acid copolymer first introduced in 3M™ Vitrebond™ glass ionomer liner/base **Adhesive:** BisGMA and HEMA resin

BisGMA (Bisphenol A Diglycidyl Ether Dimethacrylate), HEMA (2- Hidroxyethyl Methacrylate)

Table 2- Microtensile bond strength (MPa) of each adhesive as a function of bonding technique.

Adhesives	Water-wet bonding	Ethanol-wet bonding
SB	44.9 ± 3.9 Aa	42.9 ± 4.5 Aa
SBMP	34.8 ± 6.5 Bb	35.2 ± 2.9 Bb

Values are Mean ± SD (n=5)
Different upper case letters indicate no significant differences between values in each column ($p<0.05$).
Different lower case letters indicate no significant differences between values in each row ($p<0.05$).

CONSIDERAÇÕES FINAIS

4-Considerações Finais

O correto entendimento da interação entre sistema adesivo e o substrato dentinário e a manutenção dessa interface adesiva ao longo do tempo é foco de pesquisas atuais. Em um estudo de TAY et al e PASHLEY et al em 2003, os autores apontavam que os futuros adesivos deveriam ser menos hidrofílicos, e que os monômeros resinosos presentes nesses sistemas deveriam se tornar hidrofóbicos após a sua polimerização. ABDALLA e FEILZER, em 2008, demonstraram que a interface adesiva sofre degradação após 4 anos de armazenagem, seguido de inúmeros estudos que demonstraram que ocorre uma diminuição dos valores de resistência de união ao longo do tempo (HASHIMOTO et al,2003; REIS,A.et al, 2004; CARRILHO et al, 2005; De MUNCK, 2006). Torna-se então fundamental o correto entendimento de como os sistemas adesivos interagem com o substrato dentinário para se tentar obter uma interface adesiva mais estável. Dentre os fatores envolvidos no processo de degradação da interface resinosa, estão o mecanimsmo de degradação da própria fibrila de colágeno pelas metaloendoproteinases_(MMPs) (PASHLEY ET AL, 2004; CARRILHO et al,2005; REIS, A., 2006,) e dos monômeros resinosos presentes nos sistemas adesivos , sendo que a água representa o principal mecanismo de degradação hidrolítica para os sistemas adesivos disponíveis atualmente (JACOBSEN,T., SODERHOLM, K-J., 1995; PASHLEY et al, 2003; MANSO et al, 2007).

Nesse aspecto, a possibilidade de se empregar uma técnica adesiva que sature a dentina com um solvente anidro, eliminará a água da superfície dentinária, e se poderá aderir a esse substrato sistemas adesivos que tenham em sua composição monômeros mais hidrofóbicos. Portanto, o emprego de um solvente anidro, como o etanol, será uma grande alternativa, para ocupar o lugar da água nos espaços interfibrilares da matriz de dentina desmineralizada.

Os resultados das pesquisas atuais têm demonstrado um aumento no valor de resistência de união empregando a técnica úmida com etanol e a manutenção desses valores ao longo do tempo. (SADEK et al, 2006; WANG,Y. et al, 2007; MANSO et al, 2007; CANDENARO et al, 2008; CARVALHO et al, 2009; HOSAKA et al, 2009), Nesses estudos, fica evidente o papel do etanol para se conseguir uma adesão efetiva ao substrato dentinário. O etanol é um solvente que possui a capacidade de manutenção dos espaços interfibrilares em uma condição expandida, possibilitando a permeação dos monômeros resinosos por entre as fibrilas de colágeno (PASHLEY et al., 2001; PASHLEY et al, 2007, EDDLESTON et al, 2003) Por apresentar um alto valor de vapor de pressão de evaporação, o etanol possibilita a evaporação da água que antes ocupava os espaços interfibrilares, e ao mesmo tempo, possibilita que as fibrilas de colágeno se mantenham enrijecidas

em uma condição expandida, aumentando assim a permeação do adesivo e formação dos tags de resina, com melhor selamento dos túbulos dentinários.(GARCIA et al., 2003, EDDLESTON et al,2003 , PASHLEY et al, 2007.)

Nesse estudo, os valores de RU empregando os sistemas adesivos de condicionamento total à base de água (SBMP) e à base de água-etanol (SB), não apresentaram diferenças estatísticas significantes comparado às técnicas de umidade dentinária realizadas com água ou etanol. Os nossos resultados corroboram achados prévios com resultados semelhantes entre a técnica úmida com água e a técnica úmida com etanol (PASHLEY et al, 2007). No estudo de PASHLEY et al em 2007, quando foi utilizado resinas experimentais de caráter hidrofóbico associadas a uma técnica úmida da dentina com etanol, houve uma menor sorção de água e com conseqüente estabilidade da união dentina-resina.

No presente experimento, optou-se pela técnica úmida de saturação da dentina com etanol a 100% por 30 segundos, associada a adesivos convencionais, como forma de se aproximar à técnica clínica úmida empregada atualmente. Os valores de RU foram superiores para o sistema SB em ambas as técnicas comparados ao SBMP. Uma possível explicação para esse resultado, pode ter sido o fato do SB já ter como solvente o etanol, enquanto o SBMP ter em seu *primer* algo em torno de 65% de água,.

Outro fator importante a se considerar é o fato de em nosso estudo não ter sido utilizada a técnica de saturação da dentina com etanol utilizando uma série crescente de concentrações desse solvente como empregado por SADEK et al, 2006 e PASHLEY et al,2007.

Os resultados desse estudo apontam para a possibilidade de utilização da técnica úmida com o emprego do etanol a 100% para saturar o substrato dentinário. Futuros estudos são necessários utilizando outros sistemas adesivos, bem como a avaliação da longevidade dessa técnica *in vivo*. Estudos biológicos que avaliem os efeitos do etanol sobre os odontoblastos também são necessários.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

5- Referências Bibliográficas:

ABDALLA, A.I.; FEILZER, A.J. Four-year water degradation of a total-etch and two self-etching adhesives bonded to dentin. **J Dent**. Aug;v. 36, n.8, p. 611-7, 2008.

BARTON, A.F.M. Solubility parameters. **Chem Rev**, v. 75, p. 731-53, 1975.

BUONOCORE, M.G. A sample method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces**. J.Dent.Res.** v.34, p.849-853, 1955.

BRESCHI, L.. et al. Dental adhesion review: aging and stability of the boned strength. **Dent. Mat,** n.24, p.90-101, 2008.

CADENARO, M. et al. Effect of adhesive hydrophilicity and curing time on the permeability of resins bonded to water vs. ethanol-saturated acid-etched dentin. **Dental Materials**. 2008;1335.

CARRILHO, M.R.O. et al. Mechanical stability of resin-dentin bond components. Dent Mater. Mar; v.21, n.3, p. 232-41, 2005

CARVALHO, R. M.; YOSHIYAMA, M.; PASHLEY, D.H. In vitro study on the dimensional changes of human dentine after desmoneralization. Arch **Oral Biol**., v.41, n.4, p. 369-77, Apr, 1996.

CARVALHO, R.M. Adesivos dentinários: fundamentos da aplicação clínica. **Biodonto**, v.2, p. 62-96, Abr/Jun, 1998.

CARVALHO, R.M. et al. Tensile stregth of human dentin as a function of tubule orientation and density. **J. Adhes. Dent**., v.2, n.1, p.309-314, 2001.

CARVALHO, R.M. et al. Sistemas adesivos: fundamentos para aplicacão clínica. **Biodonto**, v.2, n.1, Jan/Fev, 2004.

CARVALHO, C.A. et al. Effect of ethanol application on post-luting to intraradicular dentine. **IInternational Endodontic Journal**, 42, 129–135, 2009.

DE MUNCK, J. et al. Four-year degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. J Dent Res, Feb, v. 82, n. 2, p. 136-40, 2003.

DE MUNCK, J. et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: Methods and results. **J Dent Res**, v.84, n.2, p.118-132, 2005.

DUKE et al. Variability of clinical dentin substrates. **Am. J. Dent**., 1991, v.4, n.5, p.241-246.

EDDLESTON, C.L. et al. Dimensional changes in acid-demineralized dentin matrices following the use of HEMA-water versus HEMA-alcohol primers. **J Biomed Mater Res A**,, Dec, v.67, n.3, p. 900-7, 2003.

GARBEROGLIO, R., BRANNSTRON, M. Scanning electron microscopic investigation of human dentinal tubules. **Arch Oral Biol**., v.21, n.6, p.118-127, 1976.

GARCIA, F.C.P. Estudo sobre o papel dos solventes na producão de união `a dentina. Bauru, 2005. 174p. **Tese**(Doutorado)- Faculdade de Odontologia de Bauru. USP.

GARCIA, R.N.; De GOES, M.F.; GIANNINI, M. Effect of water storage on bond strength of self-etching adhesives to dentin. **J Contemp Dent Pract**. Nov 1;v.8, n.7, p.46-53, 2007.

GWINNNETT, J.A. et al. Comparison of three methods of critical evaluation of microleakage along restorative interfaces. **J Prosthet Dent**., Dec, v.74, n.6, p.575-85, 1995.

HOSAKA, K. et al.Durability of resin-dentin bonds to water- vs-ethanol-saturated dentin. **J Dent Res.**, Feb, v. 88, n.2, p. 146-51, 2009.

JACOBSEN, T.; SODERHOLM, K.J. Some effects of water on dentin bonding. Dent Mat., v.25, p.11, n.2, p. 136-42, 1995.

KANKA III, J. et al. Effect of resin primer solvents and surface wetness on resin composite bond strength to dentin. **Am J. Dent**, v.5, p.213-15, 1992.

KANKA III, J. Wet bonding. Effect of drying time and distance. **Am J Dent**, v. 9, n. 6, p.273-6, 1996.

LOGUERCIO, A.D. et al. Influence of adhesive systems on interfacial dentin gap formation in vitro. **Oper Dent.** 2006 Jul-Aug; v.31, n.4 ,p.431-41, 2006.

LOGUERCIO, A.D.; Reis, A. Application of a dental adhesive using the self-etch and etch-and-rinse approaches: an 18-month clinical evaluation. **J Am Dent Assoc**. Jan; v.139, n. 1, p. 53-61, 2008.

MANSO, Adriana P. et al. Stability of wet versus dry bonding with different solvent based adhesives. **Dental Materials**. 1157, 2007.

MARSHALL, G.W. et al. The dentin substrate structure and properties related to bond. **J Dent**, v.25, n. 6, p. 441-58, Nov, 1997.

KINNEY, J.H. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **J. of Dent**., v.25, n.6, p.441-458, 1997.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASHUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J. Biomed. Mater. Res**.; v.16: 265-273, 1982

NAKABAYASHI, N., WATANABE, A., ARAO, T. A tensile test to facilitate identification of defects in dentine bonded specimens. **J Dent**. May; v.26, n.4, p.379-85, 1998.

PASHLEY D.H.; CIUCCHI,B.; SANO, H. Dentin as a bonding adhesion. **J. Dent.**, 49, p.1-4., 1994.

PASHLEY D.H., CARVALHO, R.M. Dentine permeability and dentine adhesion. **J Dent**. Sep;v. 25, n. 5, p.355-72, 1997.

PASHLEY, D.H. et al. Effects of HEMA on water evaporation from water-HEMA mixtures. **Dent Mater**, v. 14, n.1, p.6-10, 1998.

PASHLEY, D.H. et al. permeability of desmineralized dentin of HEMA. **Dent. Mater.**,v. 16, n.1, 7-14, 2000.

PASHLEY, D.H.et al. Solvent-induced dimensional changes in EDTA demineralized dentin matrix. **J. Biomed Mater Res**, v. 56, p.273-281, 2001.

PASHLEY, D.H. et al. Viscoelastic properties of desmineralized dentin matrix. **Dent Mater,** v.19, n.8, p. 700-6, Dec 2003.

PASHLEY, DH. et al. A dental review. **Am. J. of Dent,** v. 20, n.1, 2007.

.

PERDIGÃO, J.; FRANKENBERGER, R. Effects of solvent and reweting time on dentin adhesion. **Quintessence Int,** v.32, n. 5, p. 385-90, May 2001.

REIS, A. et al. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. **Dent Mater**, v.20, n.7, p.669-76, 2004.

SADEK F.T. et al. Anovel method to obtain microtensile specimens minimizing cut flaws. **J Biomed Mater Res B Appl Biomater**, v.78, n. 1, p. 7-14, 2006.

SASAKI, N. et al. Time-resolved X-ray diffraction from tendon collagen during creep using synchoroton radiation. **J Biomechanics,** v. 32, n.3, p. 285-92, Mar, 1999

SANO, H. et al. Long-term durability of dentin bonds made with a self-etching primer, in vivo. **J Dent Res,** Apr , v. 78, n. 4, p. 906-11, 1999.

SANTERRE, J.P.; SHAJJI, L.; LEUNG, B.W. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. **Crit Rev Oral Biol Med**, v.12, n.2, p. 136-51, 2001.

SHIN, X. et al. Morphological and chemical characterization of bonding hydrofobic adhesive to dentin using ethanol wet bonding technique. **Dent Mater**, 25, 2009.

SHONO, Y. et al. Durability of resin-dentin bonds. **J Adhes Dent**, v. 13, n. 1, p. 211-18, 1999a.

Swift EJ Jr. Bonding systems for restorative materials--a comprehensive review. **Pediatr Dent.**, Mar-Apr; v.20, n.2, p.80-4. Review, 1998.

SWIFT, JR. et al**.** Eighteen- month clinical evaluation of a filled and unfilled dentin adhesive. **J. of Dentistry.**, v.29, p.1-6, 2001.

TAY, F.R, GWINNETT, J.A, WEI, S.H. Micromorphological spectrum from overdrying to overwetting acid-conditioned dentin in water-free acetone-based, single-bottle primer/adhesives. **Dent Mater.** Jul; v.12, n.4, p. 236-44, 1996.

TAY, F.R. et al. Bonding of a self-etching primer to non-carious cervical sclerotic dentin: interfacial ultra structure and microtensile bond strength evolution. **J Adhes Dent,** v.2, n.1, p.9-28, 2000.

TEN CATE, A.R. Histologia bucal. Desenvolvimento, estrutura e função. Rio de Janeiro, RJ, **Ed. Guanabara**, 2001, 439p.

VAN MEERBEEK, B. et al. Microscopy investigations. Techniques, results, limitations. **Am J Dent**. Nov; v. 13(Spec No):3D-18D. Review, 2000.

VAN MEERBEEK, B. et al. Buonocore memorial lecture: Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Oper Dent.**, v.28, p.215-235, 2003.

XU et al. Indentation damage and mechanical properties of human enamel and dentin. **J Dent Res**.,v.77, n.3, p. 472-80, 1998.

YOSHIYAMA, M. et al. Regional strengths of bonding agents to cervical sclerotic root dentin. **J Dent Res**, n.75, p. 1404-13, 1996.

ANEXOS

Tipos de Fratura apresentados nos testes:

SB: total testados: 48 palitos-100% As demais na Interface:87,5%
3 fraturas em resina:6,25%
2 fraturas em dentina:4,16%
1 mista: 2,08%

SBMP: total testados: 42 palitos: 100% As demais na interface:79,1%
1 fratura em resina: 2,38%
2 fraturas em dentina: 4,16%
1 fratura mista: 2,38%

SB + Etanol: 51palitos testados As demais na Interface:86,2%
4 fraturas em dentina: 7,84%
2 fraturas em resina: 3,92%
1 fratura mista: 1,96%

SBMP + Etanol: 52 palitos testados As demais na Interface:92,3%
3 fraturas na dentina: 5,76%
1 fratura mista: 1,92%
0 na resina

		SBMP	ETANOL					
DENTE1	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
1	1,2	1,3	2,92	1,56	0,0156	18,36231	ADESIVA	25,41825588
2	1,1	1,3	5,25	1,43	0,0143	36,01573	ADESIVA	
3	1,2	1,2	3,47	1,44	0,0144	23,63938	ADESIVA	
4	1,2	1,2	3,48	1,44	0,0144	23,7075	ADESIVA	
5	1,1	1,2	3,75	1,32	0,0132	27,86932	COESIVA DT	
6	1,2	1,4	2,05	1,68	0,0168	11,97054	ADESIVA	
7	1,1	1,3	4,12	1,43	0,0143	28,26378	ADESIVA	
8	1,2	1,1	4,51	1,32	0,0132	33,5175	ADESIVA	
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
9	1,1	1,2	3,65	1,32	0,0132	27,12614	ADESIVA	#DIV/0!
10	1,1	1,1	2,87	1,21	0,0121	23,26835	ADESIVA	
11				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU	
12	1	1	3,87	1	0,01	37,9647	ADESIVA	
				0	0	#DIV/0!		
				0	0	#DIV/0!		
DENTE 2	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
1	1,2	1,1	3,47	1,32	0,0132	25,78841	ADESIVA	33,05515083
2	1,1	1,1	3,89	1,21	0,0121	31,53793	ADESIVA	
3	1,1	1,2	5,7	1,32	0,0132	42,36136	**ADESIVA**	
4	1,1	1,1	4,82	1,21	0,0121	39,07785	ADESIVA	
5	1,1	1,1	3,64	1,21	0,0121	29,51107	ADESIVA	
6	1	1,1	3,37	1,1	0,011	30,05427	ADESIVA	
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
7	1,1	1,1	4,75	1,21	0,0121	38,51033	ADESIVA	#DIV/0!
8	1,2	1,1	3,4	1,32	0,0132	25,26818	ADESIVA	
9	1,1	1	5,54	1,1	0,011	49,40673	ADESIVA	
10	1,1	1,1	5,33	1,21	0,0121	43,21264	ADESIVA	
11	1,1	1,2	3,94	1,32	0,0132	29,28136	ADESIVA	
12	1,2	1,1	5,46	1,32	0,0132	40,57773	ADESIVA	
13				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU	
DENTE 3	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Médi**
1	1,1	1,2	4,65	1,32	0,0132	34,55795	ADESIVA	#DIV/
2	1,2	1,1	4,55	1,32	0,0132	33,81477	ADESIVA	
3	1	1,2	3,45	1,2	0,012	28,20375	ADESIVA	
4	1,1	1	1,45	1,1	0,011	12,93136	TRINCA NA DENTINA	
5	1,1	1,2	5,81	1,32	0,0132	43,17886	ADESIVA	
6	1,1	1,1	3,96	1,21	0,0121	32,10545	ADESIVA	
7	1,2	1,2	1,84	1,44	0,0144	12,535	TRINCA NA DENTINA	
8				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU	
				0	0	#DIV/0!		
DENTE 4	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Médi**
1	1,2	1,2	4,09	1,44	0,0144	27,86313	ADESIVA	32,1
2	1,1	1	5,18	1,1	0,011	46,19618	ADESIVA	

3	1,2	1,1	4,73	1,32	0,0132	35,1525	ADESIVA	
4	1,2	1,2	5,42	1,44	0,0144	36,92375	ADESIVA	
5	1,2	1,1	5,68	1,32	0,0132	42,21273	ADESIVA	
6	1,2	1,2	3,95	1,44	0,0144	26,90938	ADESIVA	
7	1,3	1,2	4,04	1,56	0,0156	25,40538	ADESIVA	
8	1,1	1,1	2,05	1,21	0,0121	16,62025	ADESIVA	
9	0,7	1,1	2,51	0,77	0,0077	31,97805	ADESIVA	
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
10	1,1	1,2	4,33	1,32	0,0132	32,17977	ADESIVA	#DIV/0!
11				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU + 50N	
				0	0	#DIV/0!		
				0	0	#DIV/0!		
				0	0	#DIV/0!		
DENTE 5	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
1	1,2	1,1	3,09	1,32	0,0132	22,96432	ADESIVA	30,94165112
2	1,1	1,2	2,55	1,32	0,0132	18,95114	ADESIVA	
3	1	1,1	1,74	1,1	0,011	15,51764	TRINCA EM DENTINA	
4	1,1	1,3	3,77	1,43	0,0143	25,86273	ADESIVA	
5	1,2	1,1	6,97	1,32	0,0132	51,79977	MISTA DENTINA/INTERFACE	
6	1,1	1,1	3,65	1,21	0,0121	29,59215	ADESIVA	
7	1,1	1	5,82	1,1	0,011	51,90382	ADESIVA	
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**	**Média**
8	1,1	1,2	5,39	1,32	0,0132	40,0575	ADESIVA	#DIV/0!
9	1,3	1,1	6,06	1,43	0,0143	41,57245	ADESIVA	
10	1,2	1,1	5,37	1,32	0,0132	39,90886	ADESIVA	
11	1,2	1,1	5,59	1,32	0,0132	41,54386	ADESIVA	
12	1,1	1,1	3,49	1,21	0,0121	28,29496	ADESIVA	
13				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU	
14				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU	

	SCOTCHBOND MP				FABRICANTE			
DENTE1	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**		**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,2	1,1	3,3		1,32	0,0132	24,525	ADESIVA
2					0	0		DESCOLOU
3	1,1	1,1	3,2		1,21	0,0121	25,9438	aDESIVA
4	1	1,1	4,59		1,1	0,011	40,93445	ADESIVA
5	1,1	1	4,72		1,1	0,011	42,09382	ADESIVA
6	1,1	1	4,95		1,1	0,011	44,145	ADESIVA
7	1,2	1,1	4,92		1,32	0,0132	36,56455	ADESIVA
8	1,1	1,1	6,28		1,21	0,0121	50,91471	ADESIVA
DENTE2	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**		**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,2	1,2	7,28		1,44	0,0144	49,595	ADESIVA
2	1,1	1,1	5,04		1,21	0,0121	40,86149	Resina-cola na interface
3	1,1	1,1	4,61		1,21	0,0121	37,37529	ADESIVA
4	0,9	1,1	3,71		0,99	0,0099	36,76273	ADESIVA
5	1,1	1,1	6,38		1,21	0,0121	51,72545	ADESIVA
6	1,1	1,1	4,76		1,21	0,0121	38,5914	ADESIVA
7	1,1	1,1	4,89		1,21	0,0121	39,64537	ADESIVA
DENTE3	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**		**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,3	1	2,65		1,3	0,013	19,99731	ADESIVA
2	1,4	1,2	3,89		1,68	0,0168	22,71482	ADESIVA
3	1,2	1,1	2,71		1,32	0,0132	20,14023	ADESIVA
4	1,1	1,1	2,1		1,21	0,0121	17,02562	ADESIVA
5	0,9	1,1	2,04		0,99	0,0099	20,21455	ADESIVA
6	1	1,1	4,22		1,1	0,011	37,63473	ADESIVA
7	1,2	1,1	4,89		1,32	0,0132	36,34159	aDESIVA
DENTE4	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**		**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	0,89	1,07	3,07		0,9523	0,009523	31,62522	ADESIVA
2	1,1	1,1	1,58		1,21	0,0121	12,80975	FALHA NA DENTINA
3	1,2	1,1	3,71		1,32	0,0132	27,57205	ADESIVA
4	1,2	1	5,91		1,2	0,012	48,31425	ADESIVA
5	1,2	1	5,09		1,2	0,012	41,61075	ADESIVA
6	1,4	1,2	3,19		1,68	0,0168	18,62732	ADESIVA
7	1,1	1,2	2,29		1,32	0,0132	17,01886	ADESIVA
DENTE5	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**		**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,2	1,1	4,8		1,32	0,0132	35,67273	ADESIVA
2	1,1	1,1	3,55		1,21	0,0121	28,7814	ADESIVA
3	1,1	1,1	2,38		1,21	0,0121	19,2957	ADESIVA
4	1,1	1,1	1,11		1,21	0,0121	8,999256	COLA?
5	1,1	1,3	3,95		1,43	0,0143	27,09755	ADESIVA
6	1,1	1,2	3,15		1,32	0,0132	23,41023	ADESIVA
7	1	1,2	2,71		1,2	0,012	22,15425	TRINCA NA DENTINA
8	1,1	1,2	1,7		1,32	0,0132	12,63409	TRINCA NA DENTINA
9	1,1	1,2	2,03		1,32	0,0132	15,08659	ADESIVA
10	1	1	3,28		1	0,01	32,1768	ADESIVA
11	1	1,1	5,01		1,1	0,011	44,68009	ADESIVA

12	1,2	1,2	4,21		1,44	0,0144	28,68063	ADESIVA
13	1,1	1	2,78		1,1	0,011	24,79255	ADESIVA

		SINGLE BOND		ETANOL			
DENTE1	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	0,8	1,1	5,79	0,88	0,0088	64,54534	ADESIVA
2	1	1,1	5,41	1,1	0,011	48,24736	ADESIVA
3	1,2	1,2	2,96	1,44	0,0144	20,165	ADESIVA
4	1,3	1,3	6,28	1,69	0,0169	36,45373	ADESIVA
5	1,3	1,4	3,65	1,82	0,0182	19,6739	ADESIVA
6	1,4	1,3	4,97	1,82	0,0182	26,78885	ADESIVA
7				0	0	#DIV/0!	
8				0	0	#DIV/0!	
DENTE2	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,1	1,2	5,11	1,32	0,0132	37,97659	ADESIVA
2	1,1	1,1	5,89	1,21	0,0121	47,75281	ADESIVA
3				0	0	#DIV/0!	FALHA NO PALITO
4	1,1	1	6,25	1,1	0,011	55,73864	ADESIVA
5	1,2	1,2	4,64	1,44	0,0144	31,61	ADESIVA
6	1,2	1,2	4,59	1,44	0,0144	31,26938	ADESIVA
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
7	1,2	1,1	6,61	1,32	0,0132	49,12432	ADESIVA
8	1,2	1,1	4,6	1,32	0,0132	34,18636	ADESIVA
9	1,1	1,2	3,46	1,32	0,0132	25,71409	**ADESIVA**
10	1,2	1,2	5	1,44	0,0144	34,0625	ADESIVA
11	1,1	1	3,82	1,1	0,011	34,06745	ADESIVA
12	1,2	1,2	5,2	1,44	0,0144	35,425	ADESIVA
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
13	1,2	1,3	3,48	1,56	0,0156	21,88385	ADESIVA
14	1,1	1,2	3,39	1,32	0,0132	25,19386	ADESIVA
15	1,2	1,1	4,18	1,32	0,0132	31,065	ADESIVA
				0	0	#DIV/0!	
				0	0	#DIV/0!	
				0	0	#DIV/0!	
DENTE 3	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,2	1	4,69	1,2	0,012	38,34075	ADESIVA
2	1,1	1	4,24	1,1	0,011	37,81309	ADESIVA
3	0,9	1	4,2	0,9	0,009	45,78	ADESIVA
4	1,2	1,2	2,53	1,44	0,0144	17,23563	ADESIVA
5	1,1	1	5,59	1,1	0,011	49,85264	ADESIVA
6	1,1	1	4,47	1,1	0,011	39,86427	ADESIVA
7				0	0	#DIV/0!	DESCOLOU
8	1	1,1	5,02	1,1	0,011	44,76927	ADESIVA
9							DESCOLOU
10	1,1	1,2	4,33	1,32	0,0132	32,17977	ADESIVA
11	1,2	1,3	6,44	1,56	0,0156	40,49769	ADESIVA
	SINGLE BOND			**ETANOL**			
DENTE 4	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,1	1	7,15	1,1	0,011	63,765	ADESIVA

2	1	1,1	8,55	1,1	0,011	76,25045	ADESIVA
3	1,1	1	6,86	1,1	0,011	61,17873	ADESIVA
4	1,1	1	3,25	1,1	0,011	28,98409	ADESIVA
5	1,1	1	3,84	1,1	0,011	34,24582	ADESIVA
6	1,2	1,1	4,3	1,32	0,0132	31,95682	ADESIVA
7	1,2	1,2	5,64	1,44	0,0144	38,4225	ADESIVA
8	1,2	1,1	6,22	1,32	0,0132	46,22591	ADESIVA
9	1,1	1,1	2,95	1,21	0,0121	23,91694	ADESIVA
DENTE 5	**Largura**	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
1	1,1	1	3,99	1,1	0,011	35,58355	ADESIVA
2	1,1	1	4,64	1,1	0,011	41,38036	RESINA
3	1,1	1	4,05	1,1	0,011	36,11864	ADESIVA
4	1,1	1,2	4,91	1,32	0,0132	36,49023	ADESIVA
5	1,2	1,1	5,43	1,32	0,0132	40,35477	ADESIVA
	Largura	**Espessura**	**Força (Kgf)**	**Área (mm2)**	**Área (cm2)**	**RU**	**Tipo de Falha**
6	1,1	1	4,29	1,1	0,011	38,259	ADESIVA
7	1,2	1,1	5,56	1,32	0,0132	41,32091	ADESIVA
8	1,2	1,1	1,2	1,32	0,0132	8,918182	TRINCA NA DENTINA
9	1,1	1,2	5,35	1,32	0,0132	39,76023	ADESIVA
10	1,4	1,2	5,37	1,68	0,0168	31,35696	ADESIVA
11	1,2	1,3	4,89	1,56	0,0156	30,75058	ADESIVA
12	1,2	1,2	4,25	1,44	0,0144	28,95313	ADESIVA
13	1,1	1,2	7,38	1,32	0,0132	54,84682	ADESIVA
14	1,1	1	3,8	1,1	0,011	33,88909	ADESIVA
15	1,1	1,2	2,84	1,32	0,0132	21,10636	ADESIVA

		SINGLE BOND			FABRICANTE				
DENTE1	Largura	Espessura	Força (Kgf)		Área (mm2)	Área (cm2)	RU	Tipo de Falha	
1	1	1	4,68		1	0,01	45,9108	RESINA	
2	1,1	1,2	4,65		1,32	0,0132	34,55795	ADESIVA	
3	1,1	1,1	4,74		1,21	0,0121	38,42926	ADESIVA	
4	1,1	1,2	4,42		1,32	0,0132	32,84864	ADESIVA	
5	1,1	1,2	8,2		1,32	0,0132	60,94091	ADESIVA	
6	1,2	1,3	5,74		1,56	0,0156	36,09577	RESINA	
7	1,1	1,2	6,64		1,32	0,0132	49,34727	ADESIVA	
8	1,2	1,2	3,41		1,44	0,0144	23,23063	RESINA	
9	1,1	1,1	5,31		1,21	0,0121	43,0505	ADESIVA	
DENTE2	Largura	Espessura	Força (Kgf)		Área (mm2)	Área (cm2)	RU	Tipo de Falha	
1	1,1	1,2	6,5		1,32	0,0132	48,30682	ADESIVA	
2	1,1	1,1	7,17		1,21	0,0121	58,13033	ADESIVA	
3	0	0	0		0	0	0	DESCOLOU	
4	1,2	1,1	5,85		1,32	0,0132	43,47614	ADESIVA	
5	1,1	1	4,78		1,1	0,011	42,62891	ADESIVA	
6	1,4	1,2	4,83		1,68	0,0168	28,20375	ADESIVA	
DENTE3	Largura	Espessura	Força (Kgf)		Área (mm2)	Área (cm2)	RU	Tipo de Falha	
1	1,1	1,2	6,35		1,32	0,0132	47,19205	ADESIVA	
2	1,4	1,2	7,24		1,68	0,0168	42,27643	ADESIVA	
3	1,2	1,2	5,64		1,44	0,0144	38,4225	**ADESIVA**	
4	1,6	1,3	7,59		2,08	0,0208	35,79707	ADESIVA	
5	1,2	1,1	5,09		1,32	0,0132	37,82795	ADESIVA	
6	1,4	1,4	5,59		1,96	0,0196	27,97852	ADESIVA	
7	1,1	1,1	6,67		1,21	0,0121	54,07661	ADESIVA	
DENTE4	Largura	Espessura	Força (Kgf)		Área (mm2)	Área (cm2)	RU	Tipo de Falha	
1	1,1	1	3,13		1,1	0,011	27,91391	ADESIVA	
2	1	1,1	4,85		1,1	0,011	43,25318	ADESIVA	
3	1,2	1,2	0,7		1,44	0,0144	4,76875	DENTINA	
4	1,1	1	4,92		1,1	0,011	43,87745	ADESIVA	
5	1,1	1	5,03		1,1	0,011	44,85845	aDESIVA	
6	1,1	1,2	3,38		1,32	0,0132	25,11955	ADESIVA	
7	1,2	1,2	5,13		1,44	0,0144	34,94813	ADESIVA	
8	1,2	1,2	5,36		1,44	0,0144	36,515	ADESIVA	
9	1,1	1,1	2,6		1,21	0,0121	21,07934	Dentina + Adesiva	
10	1,1	1,1	6,06		1,21	0,0121	49,13107	ADESIVA	
11	1,1	1,1	4,2		1,21	0,0121	34,05124	ADESIVA	
12	1,1	1,1	5,07		1,21	0,0121	41,10471	aDESIVA	
DENTE5	Largura	Espessura	Força (Kgf)		Área (mm2)	Área (cm2)	RU	Tipo de Falha	
1	1,2	1,2	5,18		1,44	0,0144	35,28875	aDESIVA	
2	1,3	1,2	6,52		1,56	0,0156	41,00077	aDESIVA	
3	1,2	1,2	6,84		1,44	0,0144	46,5975	ADESIVA	
4	1,1	1,1	6,34		1,21	0,0121	51,40116	aDESIVA	
5	1,1	1	4,48		1,1	0,011	39,95345	DESCOLOU	
6	1,1	1	4,48		1,1	0,011	39,95345	ADESIVA	
7					0	0		FALHA	

8	1,1	1	5,84		1,1	0,011	52,08218	ADESIVA	
9	1,2	1,2	6,04		1,44	0,0144	41,1475	ADESIVA	
10	1,1	1,1	7,03		1,21	0,0121	56,99529	ESMALTE?	
11	1,2	1,1	6,25		1,32	0,0132	46,44886	aDESIVA	
12	1,3	1,2	7,93		1,56	0,0156	49,8675	PALITO EXAGERADO	
13								DESCOLOU	