

**UNIVERSIDADE DE UBERABA  
STELLA BORGES DA SILVA**

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E  
ESPESSURA DA CAMADA ADESIVA CONSIDERANDO  
AS TÉCNICAS DE APLICAÇÃO DOS SISTEMAS  
ADESIVOS EM RESTAURAÇÕES COM RESINA  
COMPOSTA**

UBERABA - MG  
2012

**STELLA BORGES DA SILVA**

**AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E  
ESPESSURA DA CAMADA ADESIVA CONSIDERANDO  
AS TÉCNICAS DE APLICAÇÃO DOS SISTEMAS  
ADESIVOS EM RESTAURAÇÕES COM RESINA  
COMPOSTA**

Dissertação apresentada ao Programa de Mestrado em Odontologia da Universidade de Uberaba, para obtenção do Título de Mestre na área de concentração em Biomateriais.

Orientador: Prof. Dr. Fernando C. Hueb de Menezes

Co-orientador: Prof. Dr. Luciano de Souza Gonçalves

UBERABA - MG  
2012

Catalogação elaborada pelo Setor de Referência da Biblioteca Central UNIUBE

S38a

Silva, Stella Borges da.

Avaliação da resistência de união e da espessura da camada adesiva considerando as técnicas de aplicação dos sistemas adesivos em restaurações com resina composta / Stella Borges da Silva. – Uberaba, 2012.

45 f. : il.

Dissertação (mestrado) – Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia, 2012.

Orientadora: Prof. Dr. Fernando C. Hueb de Menezes

1. Materiais dentários. I. Universidade de Uberaba. Programa de Mestrado em Odontologia. II. Título.

## Agradecimentos

O momento é de gratidão. Primeiramente a Deus e aos meus pais queridos que me deram a vida e com ela oportunidades de aprendizagem e crescimento.

Sou imensamente grata também à Universidade de Uberaba (UNIUBE) que representada por mestres dedicados e funcionários prestativos viabilizaram a concretização dessa conquista. Também à Universidade Federal do Triângulo Mineiro (UFTM) pelo incentivo e disponibilidade.

Como não me lembrar também dos familiares, amigos, colegas de turma e todos aqueles que de uma forma ou de outra me incentivaram, me fortaleceram nos momentos difíceis e brindaram as alegrias. Não citarei nomes, sob pena de ser injusta, mas todos estão nas minhas melhores lembranças e se reconhecem nelas.

A todos minha gratidão! Essa conquista lhes pertence também. Compartilho esse sonho realizado com todos vocês!

## RESUMO

Restaurações adesivas vêm sendo cada vez mais utilizadas na Odontologia e a técnica de aplicação dos sistemas adesivos pode determinar o sucesso do procedimento restaurador. O presente estudo teve como objetivo avaliar a influência da técnica de aplicação de dois sistemas adesivos (Clearfil SE Bond e Adper Scotchbond Multipurpose) na resistência de união e camada adesiva de restaurações com resina composta. Foram selecionados 80 dentes terceiros molares humanos, os quais foram restaurados com resina composta (Filtek-Z350 – 3M ESPE) variando-se as técnicas de aplicação dos adesivos, conforme os grupos a seguir ( $n=10$ ): Grupo 1 (Controle) - os sistemas foram aplicados e o adesivo foi imediatamente fotoativado por 20 segundos sem a remoção de excessos; Grupo 2 - foi removido o excesso de adesivo com um leve jato de ar por 5 segundos; Grupo 3 - o excesso foi removido com um dispositivo tipo microbrush seco; e Grupo 4 – foi aplicado um leve jato de ar após o microbrush para então ser realizada a fotoativação. Em seguida os dentes foram e submetidos ao teste de microtração. Para os dois sistemas testados, não foram observadas diferenças estatísticas entre os grupos 1 (controle) e grupo 2. Os grupos 3 e 4, apresentaram valores de resistência de união superiores em relação aos outros grupos estudados, concluindo que a remoção do excesso de adesivo com um microbrush seco pode melhorar a resistência de união em restaurações com resina composta. Foram observados através de Microscopia Eletrônica de Varredura predominância de fratura adesiva, bem como maior espessura de camada adesiva para os Grupos 1 e 2, e para os Grupos 3 e 4 foi verificado padrão de falha mista e menor espessura de camada adesiva.

**Palavras-chave:** Sistema adesivo. Resistência de união. Resina composta.

## INTRODUÇÃO

A Odontologia estética vem sendo cada vez mais aplicada nos procedimentos restauradores. Desde a utilização do condicionamento ácido preconizado por Buonocore(1) (1955), a adesão de materiais resinosos aos substratos dentais vem sendo amplamente estudada com o intuito de se desenvolverem materiais que proporcionem maior durabilidade das restaurações, maior estética e facilidade de uso pelos profissionais. Atualmente, com o desenvolvimento de sistemas adesivos mais eficientes, ocorreram mudanças filosóficas nas técnicas de confecção de preparos cavitários, hoje mais conservadores(2, 3).

Em odontologia podemos definir adesão ou união como sendo o processo pelo qual unimos materiais restauradores aos substratos dentais. Essa união é conseguida pela aplicação de um agente intermediário denominado de adesivo dental ou sistema adesivo(4). Assim, os sistemas adesivos são combinações de monômeros resinosos hidrófilos e hidrófobos de diferentes pesos moleculares e viscosidades. Os hidrófilos permitem que o adesivo seja compatível com a umidade natural da dentina, mas absorvem água sendo, por isso, menos estáveis. Os hidrófobos têm maior peso molecular, são mais viscosos e conferem maior resistência mecânica e estabilidade ao sistema(5). Apesar de apresentarem características interessantes, não conseguem penetrar nas porosidades criadas durante a hibridização, então diluentes resinosos hidrófilos e solventes são adicionados à composição(2-4). Assim, os sistemas adesivos são amplamente utilizados em tratamentos diretos como restaurações de cavidades anteriores e posteriores, selamento de fissuras, colagem de fragmentos fraturados, correções na morfologia dental e em procedimentos indiretos, envolvendo cimentação de pinos intracanal, cerâmicas e compósitos(6). Independentemente de o material ser

aplicado, de forma direta ou indireta sobre a estrutura dental, a união dos materiais restauradores ao dente é mediada pelos sistemas adesivos(4, 7).

Entretanto, mesmo com a constante evolução do processo de adesão, ainda não foi possível resolver os problemas inerentes à aplicação e comportamento dos materiais(8). Os fabricantes frequentemente lançam novos produtos ou novas versões dos já existentes, com promessas de melhores resultados, mas ainda se esbarram na complexa estrutura do substrato dental. A união adesiva ao esmalte pode ser considerada um procedimento clínico eficiente e previsível, ao passo que a união à dentina tem sido inconsistente devido, principalmente, à instabilidade estrutural e química deste composto biológico, que afeta o mecanismo de adesão do material restaurador(9, 10).

O processo de adesão envolve duas fases: a primeira consiste na remoção de fosfatos de cálcio no esmalte e na dentina com a formação subsequente de microporosidades em ambos. A segunda fase envolve a infiltração e posterior polimerização *in situ* do sistema adesivo criando a chamada camada híbrida(11). Esta camada promove um bom vedamento da interface entre o substrato dental e o material restaurador, diminuindo a possibilidade de formação de fendas, infiltração marginal, sensibilidade e consequente recorrência de cárie(9, 10). A retenção micromecânica resultante é baseada em um mecanismo de difusão, que foi pela primeira vez descrito por Nakabayashi *et al.*(11) (1982) e é comumente referido como hibridização(12-14). Baseado na estratégia de adesão acima, os sistemas adesivos disponíveis atualmente envolvem duas abordagens: uma com o condicionamento ácido prévio (técnica úmida) e outra com adesivos autocondicionantes (técnica seca)(14, 15).

A possibilidade de se conseguir adesão sem a necessidade de condicionamento ácido da dentina e menor exposição prévia de fibras colágenas passou a ser avaliada

numa nova filosofia, onde ácido e primer são aplicados juntos(16, 17) e ao mesmo tempo em que ocorre a desmineralização há a infiltração do adesivo por toda a área condicionada. Assim, a região desmineralizada pelo primer autocondicionante seria preenchida pelos monômeros hidrófilos e a espessura da camada híbrida poderia ser considerada a profundidade de desmineralização da dentina(18).

Os adesivos convencionais necessitam do condicionamento ácido prévio para preparar o substrato dentário, permitindo a infiltração dos monômeros adesivos. Entretanto, a durabilidade da adesão desse sistema vem sendo questionada, principalmente devido à permanência de uma camada de fibras colágenas desprotegidas sob a camada híbrida. A eficácia dos adesivos convencionais e durabilidade da camada híbrida dependem da penetração dos monômeros na profundidade desmineralizada pelo ácido(17). A profundidade de penetração do ácido, quando da utilização desses sistemas, não é totalmente envolvida pelo sistema adesivo, fazendo com que haja uma área desmineralizada por ele, úmida, que não será preenchida pelo material. Essa umidade tende a degradar a camada híbrida, influenciando na sua longevidade(19). A infiltração uniforme dos monômeros hidrófilos em toda dentina desmineralizada, para proteger e reforçar a rede de fibras colágenas, raramente é um padrão encontrado nesses sistemas(20), dando início a uma nova filosofia, que apresenta a aplicação de ácido e primer em um mesmo componente(14).

Os resultados proporcionados pelos diferentes sistemas adesivos são mais influenciados pela forma de aplicação utilizada pelo cirurgião-dentista, do que pelas propriedades inerentes a cada um dos materiais(12). Cuidados durante os passos da técnica adesiva são essenciais, principalmente em relação à película de adesivo formada após a execução do procedimento. Uma camada espessa de adesivo pode prejudicar a resistência de união, bem como levar ao manchamento e sensibilidade pós-

operatória(21-23). Assim, torna-se importante controlar as condições clínicas de execução da técnica restauradora para a obtenção de melhores resultados de adesão. Dessa forma, sabendo da exigência estética dos pacientes e conhecendo os aspectos que envolvem os sistemas adesivos, esse estudo teve como objetivo avaliar a influência da técnica de aplicação de dois sistemas adesivos na resistência de união e camada adesiva de restaurações com resina composta. A hipótese nula do trabalho sugere que não haja influência das técnicas de remoção dos excessos de adesivo na resistência de união das restaurações.

## **MATERIAL E MÉTODOS**

### ***Seleção e preparo dos dentes:***

Após submissão e aprovação pelo comitê de ética da Universidade de Uberaba (CAE: 004.0.227.000-10), foram selecionados 80 dentes terceiros molares humanos recém-extraídos, obtidos do Banco de Dentes Humanos da Universidade de Uberaba, os quais foram limpos com curetas periodontais e armazenados em solução salina a 0,9% com timol a 0,1. Posteriormente, os dentes tiveram suas raízes incluídas com resina acrílica em tubo de P.V.C. medindo 25mm de diâmetro por 15mm de altura, permanecendo as coroas totalmente expostas no sentido do longo eixo do elemento dental. Utilizando-se uma ponta diamantada #1095 (KG Sorensen) em alta-rotação com abundante refrigeração, foram preparadas cavidades tipo classe I na oclusal com 6 mm de extensão disto-mesial, 1mm no sentido vestíbulo-lingual e 2mm de profundidade, padronizadas por meio da utilização de uma máquina adaptada para confecção de preparamos cavitários.

**Técnicas de aplicação dos sistemas adesivos:**

Os dentes foram restaurados com resina composta pela forma incremental (Filtek-Z350 – 3M ESPE) utilizando dois tipos de sistemas adesivos, sendo um autocondicionante CL (Clearfil SE Bond – Kuraray) e um convencional SB (Adper Scotchbond Multipurpose – 3M ESPE), variando-se as técnicas de aplicação, conforme os grupos a seguir (n=10):

Grupo CL1 (controle) - Secagem da cavidade. Aplicação do primer acidificado, com leve esfregaço por 20 segundos. Inserção do adesivo sem aplicação de jato de ar. Fotoativação por 20 segundos. Inserção da resina (Filtek Supreme XT-Z350 – 3M ESPE) obedecendo a técnica incremental.

Grupo CL2 - seguiu a mesma sequência do grupo anterior, entretanto foi aplicado um leve jato de ar por 5 segundos após a aplicação do primer e, previamente à fotoativação, foi removido o excesso de adesivo com um leve jato de ar, também por 5 segundos;

Grupo CL3- seguiu a mesma sequência do grupo anterior, entretanto após a aplicação do adesivo foi aguardado um tempo de 20 segundos e o excesso foi removido com um dispositivo, tipo microbrush, seco;

Grupo CL4 - seguiu a mesma sequência do grupo anterior, porém após a aplicação do adesivo, o excesso foi removido com um microbrush seco e com um leve jato de ar por 5 segundos.

Grupo SB1 (controle) - Secagem da cavidade. Condicionamento ácido prévio por 15 segundos. Lavou-se por 15 segundos. Secagem com papel absorvente. Aplicação do primer por 20 segundos sem agitar. Aplicação do adesivo. Fotoativação por 20 segundos. Aposição da resina (Filtek Supreme XT-Z350 – 3M ESPE) obedecendo a técnica incremental.

Grupo SB2 - mesma sequência do grupo anterior, entretanto previamente à fotoativação foi removido o excesso de adesivo com um leve jato de ar por 5 segundos;

Grupo SB3 - mesma sequência do grupo anterior, entretanto previamente à fotoativação foi removido o excesso de adesivo com um dispositivo, tipo microbrush, seco;

Grupo SB4 - mesma sequência do grupo anterior, entretanto previamente à fotoativação foi removido o excesso de adesivo com um microbrush seco associado a um leve jato de ar por 5 segundos.

A resina composta foi aplicada por meio de incrementos oblíquos de no máximo 1mm de espessura obedecendo a técnica incremental. Em seguida, os dentes restaurados tiveram suas raízes removidas com um disco diamantado.

#### ***Preparo das amostras para o teste de Microtração:***

Os corpos-de-prova foram fixados em um suporte de acrílico, com auxílio de uma cera de baixa fusão (Exata, DFL – Brasil), e foram adaptados à cortadeira de precisão ISOMET 1000 (Buehler). Com constante irrigação, os dentes foram seccionados perpendicularmente à superfície adesiva, sendo obtidas 5 secções na região da parede pulpar. A interface foi seccionada em uma espessura de 1mm no sentido vestíbulo lingual em forma de ampulheta para, posteriormente, serem levadas à máquina para os testes de microtração.

Os espécimes selecionados para o ensaio de microtração tiveram suas áreas medidas e anotadas, utilizando-se um paquímetro digital (Digimatic Caliper), com precisão de 0,01mm. Em seguida, os espécimes foram apreendidos individualmente, com o auxílio de uma pinça (STAILESS STELL AA/ General número 401-AA) e fixados pelas suas extremidades ao dispositivo para realização do ensaio de microtração,

com o auxílio do adesivo instantâneo a base de cianoacrilato (Zapit, DVA), posicionando-se a área de adesão perpendicularmente ao longo eixo da força de microtração. O ensaio mecânico de microtração foi realizado em uma máquina de Ensaio Universal DL 3000 (EMIC 2003), previamente ajustada para forças de tração, com uma célula de carga de capacidade de 50 Kgf, a uma velocidade de 0,5mm/min. No momento da fratura, o movimento foi imediatamente cessado e os dados foram coletados para cálculos posteriores. Os valores finais de resistência adesiva foram calculados dividindo-se os valores de carga de ruptura, obtidos em Newton (N), pelas secções transversais das ampulhetas, obtidas em mm<sup>2</sup>, sendo, portanto, expressos em MPa. Posteriormente foi realizada a análise estatística dos resultados (ANOVA e teste complementar de Tukey). Os espécimes foram ainda analisados por meio de Microscopia Eletrônica de Varredura para se observar os padrões de fratura, bem como a camada adesiva das restaurações.

## **RESULTADOS**

Como os resultados apresentaram curva normal e homogênea, foi permitida a adoção do teste paramétrico ANOVA ( $p<0.001$ ). Para verificação de significância foi necessária a aplicação do teste complementar de Tukey, ambos em nível de significância de 5% (Tab. 1). Não foi observada diferença estatística entre os grupos 1 e 2. Para os grupos 3 e 4, foram encontrados valores de resistência de união superiores para os dois sistemas adesivos testados em relação aos outros grupos estudados.

Foram observados através de Microscopia Eletrônica de Varredura predominância de fratura adesiva (Fig. 1A), bem como maior espessura de camada adesiva para os Grupos 1 e 2 (Figs. 2A, 2B, 3A e 3B) , e para os Grupos 3 e 4 foi

verificado predominância de padrão de falha mista (Fig. 1B) e menor espessura de camada adesiva, para ambos os adesivos estudados (Figs. 2C, 2D, 3C e 3D).

## DISCUSSÃO

A hipótese nula do presente estudo foi rejeitada. As técnicas de aplicação dos sistemas adesivos influenciaram nos resultados, interferindo nos valores de resistência de união dos grupos estudados para os dois sistemas adesivos testados.

Restaurações adesivas vêm sendo amplamente utilizadas para reconstituição estética e funcional dos elementos dentais. Atualmente, os compósitos têm adquirido lugar proeminente entre os materiais empregados nas técnicas diretas. Suas consideráveis possibilidades estéticas lhes conferem ascensão para variadas indicações terapêuticas. Esses materiais conservam as estruturas dentais, pois são retidos por métodos adesivos não requerendo retenções mecânicas adicionais. No entanto, são altamente sensíveis à técnica(24).

Apesar da evolução tecnológica desses materiais, ainda há controvérsias em relação à eficácia das restaurações adesivas. Os sistemas adesivos devem ser empregados mediante a consciência de suas limitações. Esse fato remete ao entendimento de que essa evolução aplicada aos sistemas adesivos não corresponde necessariamente a uma melhoria da qualidade do produto, mas também na eficácia durante sua utilização(4).

Há diferentes técnicas de aplicação de acordo com o tipo e composição do sistema adesivo utilizado(17, 25-27). Entretanto, os fabricantes desses produtos não apresentam informações claras sobre as técnicas de utilização, principalmente quando se refere à aplicação do adesivo. No presente estudo, foram escolhidos os sistemas

adesivos autocondicionante Clearfil SE Bond e convencional Adper Scotchbond Multipurpose Plus, por serem produtos muito utilizados pelos profissionais da área de odontologia adesiva e por não apresentarem instruções esclarecedoras sobre a técnica de aplicação do adesivo.

Muito se discute em relação ao tratamento do substrato dentinário e aplicação de primers com diferentes solventes e mecanismos de ação(6, 16, 28). Entretanto, não tem havido muita preocupação quanto à aplicação do adesivo principalmente quanto à espessura de película e à remoção de excessos do material. Há trabalhos evidenciando que uma camada espessa de adesivo pode diminuir a resistência de união das restaurações adesivas, comprometendo sua longevidade(21-23). Clinicamente, a aplicação do adesivo deve ser cuidadosa. Camadas muito espessas podem ser depositadas, principalmente nos ângulos internos de uma cavidade determinando redução significante da qualidade adesiva(4).

Algumas empresas não abordam quanto à remoção de excessos do adesivo de seus sistemas e determinam que a fotoativação deva ser imediatamente após sua aplicação. Entretanto, no presente estudo foi observado que a polimerização imediata para ambos os adesivos ocasionou uma diminuição na resistência de união das restaurações, o que pode ser observada por meio dos valores obtidos (CL1: 12,98MPa e SB1: 12,85MPa) e pela predominância de falhas adesivas (Fig. 1A), onde o material se desprendeu do substrato dentinário. Observou-se ainda camada adesiva mais espessa na interface (Figs. 2A e 3A). Nesse sentido, Carvalho *et al.*(4) (2004) advertem que a polimerização imediata do adesivo após sua aplicação causa sérios prejuízos para o procedimento. O material não se polimeriza adequadamente, comprometendo a resistência de união, com degradação da interface e sensibilidade pós-operatória(4).

Outras empresas sugerem que o componente seja aplicado em uma única camada e que o excesso seja removido com leve jato de ar, sem qualquer padronização. No presente trabalho, a aplicação de um leve jato de ar após a aplicação do adesivo não interferiu positivamente nos resultados (CL2: 13,88MPa e SB2: 14,34MPa), não havendo diferença estatística para os Grupos CL1 e SB1, predominando também padrão de falha adesiva. Além disso, a camada adesiva verificada também se mostrou muito espessa (Figs. 2B e 3B). Estudos têm mostrado que o jato de ar pode influenciar negativamente na união da restauração. A incorporação de oxigênio na matriz bem como o espalhamento desordenado da película pode interferir na qualidade adesiva e na longevidade da restauração, além de causar manchamento na interface(25, 29). Os resultados do presente estudo concordam com os obtidos por Hilton e Schwartz(29) (1995), que observaram que com o jato de ar, não existe controle sobre o espalhamento do adesivo, podendo acarretar em uma camada adesiva sem uniformidade, influenciando negativamente na resistência adesiva da restauração.

Nesse sentido, a remoção cuidadosa dos excessos poderia proporcionar uma melhor efetividade na adesão. Nos outros grupos, nos quais foram utilizados um dispositivo, tipo microbrush, seco para remoção do adesivo excedente, foram observados resultados estatisticamente superiores (CL3: 20,53Mpa; CL4: 19,74Mpa; SB3: 20,09MPa e SB4: 20,63MPa), resultando na maior resistência de união (Tabela 1) comprovada ainda pela predominância de falha mista (Fig.1B), bem como em uma camada adesiva mais delgada (Figs. 2C, 2D, 3C e 3D). A aplicação de leves jatos de ar após a remoção de excessos com o microbrush (Grupos CL4 e SB4) também não determinou qualquer influência nos resultados. Isso poderia ser justificado pela boa capacidade de absorção do dispositivo, evitando que o adesivo simplesmente se deslocasse para outras regiões do elemento dental, proporcionando uma camada de

adesivo mais fina e uniforme, o que pode ter determinado a maior resistência de união encontrada concordando com o estudo de Retief *et al.*(22) (1989) que verificaram que uma camada espessa ou heterogênea de adesivo pode prejudicar a interface de união, promovendo uma diminuição na adesividade do material restaurador.

Observa-se, então, que as empresas responsáveis pela fabricação dos materiais poderiam auxiliar de maneira mais clara quanto aos métodos de aplicação clínica dos seus produtos. Entretanto, a maioria delas apresenta informações pouco detalhadas, podendo levar o cirurgião-dentista a cometer erros. Assim, cabe ao profissional pesquisar e conhecer os mecanismos de adesão para aplicar os sistemas adesivos da melhor forma possível, com o intuito de evitar possíveis falhas pós-restauradoras, aumentando a longevidade das restaurações.

## CONCLUSÃO

Dentro das limitações deste estudo, foi possível concluir que:

- A técnica de aplicação dos sistemas adesivos influenciou a resistência de união de restaurações diretas em resina composta.
- A remoção dos excessos de adesivo com um dispositivo, tipo microbrush, seco, previamente à fotoativação, permitiu melhores resultados de resistência de união e camada adesiva para os adesivos testados.
- A aplicação de leves jatos de ar não é um método eficiente para remoção de excessos.

## REFERÊNCIAS

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
2. Cabrera E, Macorra JC. Microtensile bond strength distributions of three composite materials with different polymerization shrinkages bonded to dentin. *J Adhes Dent* 2011;13:39-48.
3. McLeod ME, Price RB, Felix CM. Effect of configuration factor on shear bond strengths of self-etch adhesive systems to ground enamel and dentin. *Oper Dent* 2011;35:84-93.
4. Carvalho RM. Sistemas Adesivos: Fundamentos para a compreensão de sua aplicação em clínica. *Revista Biodonto* 2004;2:66.
5. de Andrade e Silva SM, Carrilho MR, Marquezini Junior L, Garcia FC, Manso AP, Alves MC, et al. Effect of an additional hydrophilic versus hydrophobic coat on the quality of dentinal sealing provided by two-step etch-and-rinse adhesives. *J Appl Oral Sci* 2009;17:184-189.
6. Reis A, Zander-Grande C, Kossatz S, Stanislawczuk R, Manso A, de Carvalho RM, et al. Effect of mode of application on the microtensile bond strength of a self-etch and etch-and-rinse adhesive system. *Oper Dent* 2011;35:428-435.
7. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent* 2008;36:309-315.

8. Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. Dent Mater 2004;20:669-676.
9. Chieffi N, Chersoni S, Papacchini F, Vano M, Goracci C, Davidson CL, et al. The effect of application sustained seating pressure on adhesive luting procedure. Dent Mater 2007;23:159-164.
10. Cho BH, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. Dent Mater 2004;20:107-115.
11. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. J Biomed Mater Res 1982;16:265-273.
12. Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bambi C, Nieri M, Bertini F. Influence of operator skill on microleakege of total-etch and self-etch bonding systems. J Dent 2008;36:49-53.
13. Irie M, Suzuki K, Watts DC. Immediate performance of self-etching versus system adhesives with multiple light-activated restoratives. Dent Mater 2004;20:873-880.
14. Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. Dent Mater 2001;17:122-126.
15. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A, Loguercio AD. Bond strength and quality of the hybrid layer of one-step self-etch adhesives applied with agitation on dentin. Oper Dent 2011;35:211-219.
16. Sensi LG, Lopes GC, Monteiro S, Jr., Baratieri LN, Vieira LC. Dentin bond strength of self-etching primers/adhesives. Oper Dent 2005;30:63-68.

17. Soares CG, Carracho HG, Braun AP, Borges GA, Hirakata LM, Spohr AM. Evaluation of bond strength and internal adaptation between the dental cavity and adhesives applied in one and two layers. *Oper Dent* 2011;35:69-76.
18. Tamura Y, Tsubota K, Otsuka E, Endo H, Takubo C, Miyazaki M, et al. Dentin bonding: Influence of bonded surface area and crosshead speed on bond strength. *Dent Mater J* 2011;30:206-211.
19. 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;78:906-911.
20. Benderli Y, Yucel T. The effect of surface treatment on the bond strength of resin composite to dentin. *Oper Dent* 1999;24:96-102.
21. Ausiello P, Apicella A, Davidson CL. Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restorations--a 3D finite element analysis. *Dent Mater* 2002;18:295-303.
22. Retief DH, Wendt SL, Bradley EL. Effect of adhesive thickness on the shear bond strength of Scotchbond 2/Silux to dentin. *Am J Dent* 1989;2:341-344.
23. D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent* 2009;11:109-115.
24. Hervas-Garcia A, Martinez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2006;11:E215-220.

25. Elkassas D, Taher HA, Elsahn N, Hafez R, El-Badrawy W. Effect of the number of applications of acetone-based adhesives on microtensile bond strength and the hybrid layer. *Oper Dent* 2009;34:688-696.
26. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent* 2003;28:647-660.
27. Marshall GW, Jr. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993;24:606-617.
28. Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW, Jr. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dent Mater* 2003;19:758-767.
29. Hilton TJ, Schwartz RS. The effect of air thinning on dentin adhesive bond strength. *Oper Dent* 1995;20:133-137.

Tabela 1: Resistência de união (MPa) e desvio padrão das restaurações com resina composta de acordo com a técnica de aplicação do sistema adesivo.

| <b>Grupos</b> | <b>Resistência de União (MPa) e Desvio Padrão</b> |                  |
|---------------|---|------------------|
|               | <b>Clearfil</b>                                   | <b>Scothbond</b> |
| <b>G1</b>     | 12.98 (1.31)Bb                                    | 12.85 (2.11)Bb   |
| <b>G2</b>     | 13.88 (1.55)Bb                                    | 14.34 (2.37)Bb   |
| <b>G3</b>     | 20.53 (1.80)Ab                                    | 22.09 (1.49)Aa   |
| <b>G4</b>     | 19.74 (1.97)Ab                                    | 20.63 (2.75)Ab   |

*Letras distintas determinam diferença estatística nos valores de resistência de união entre os grupos, sendo as maiúsculas para comparação em colunas e minúsculas para comparação em linhas.*

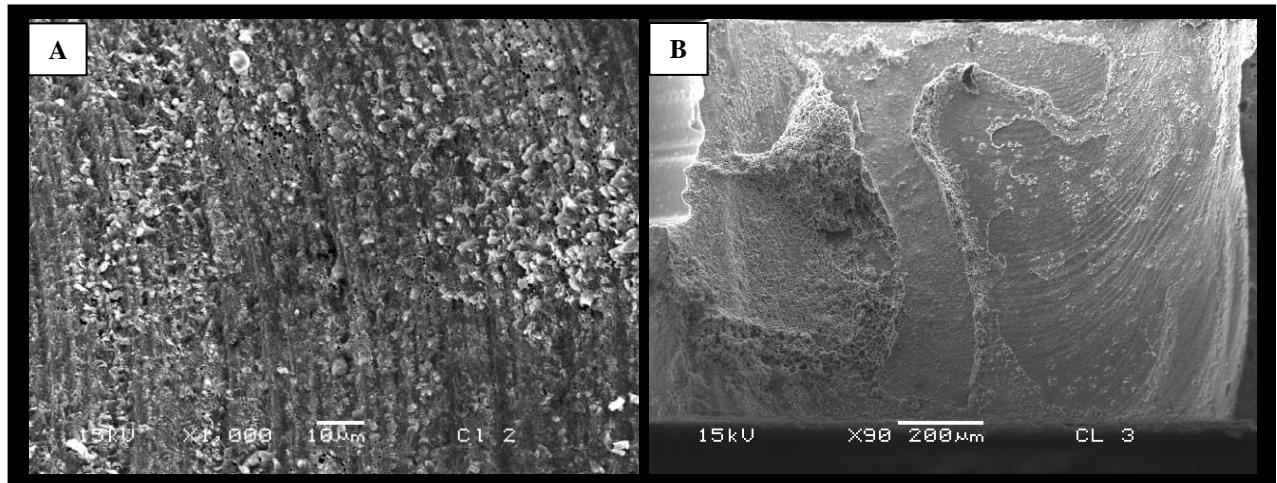


Figura 1: Microscopias (MEV) ilustrando os padrões de fratura (A- Fratura adesiva; B- Fratura Mista).

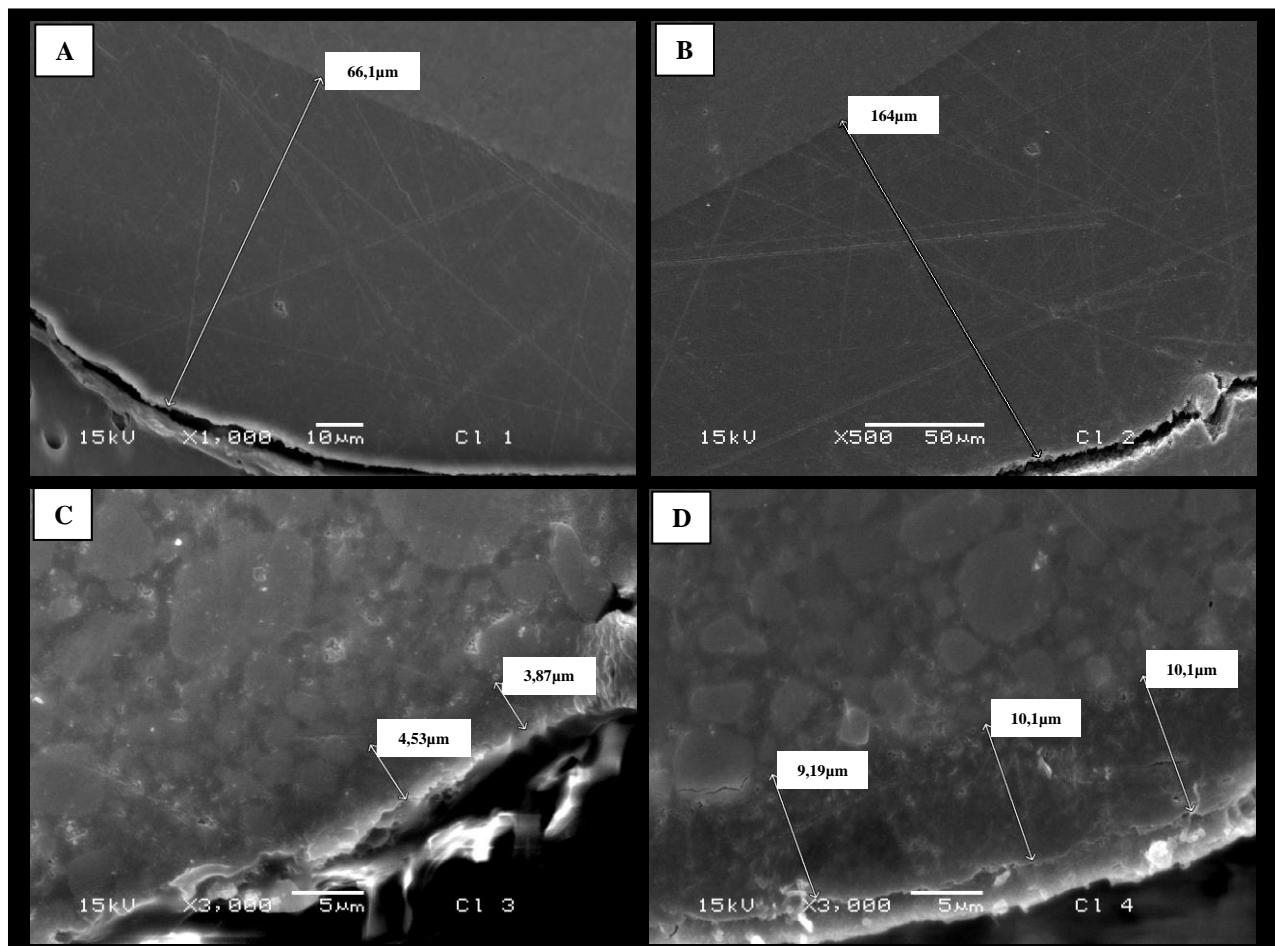


Figura 2: Microscopias (MEV) ilustrando as espessuras em micrometros de camada adesiva para os grupos onde foi aplicado o sistema adesivo Clearfil (A- Grupo 1; B- Grupo 2; C- Grupo 3; e D- Grupo 4).

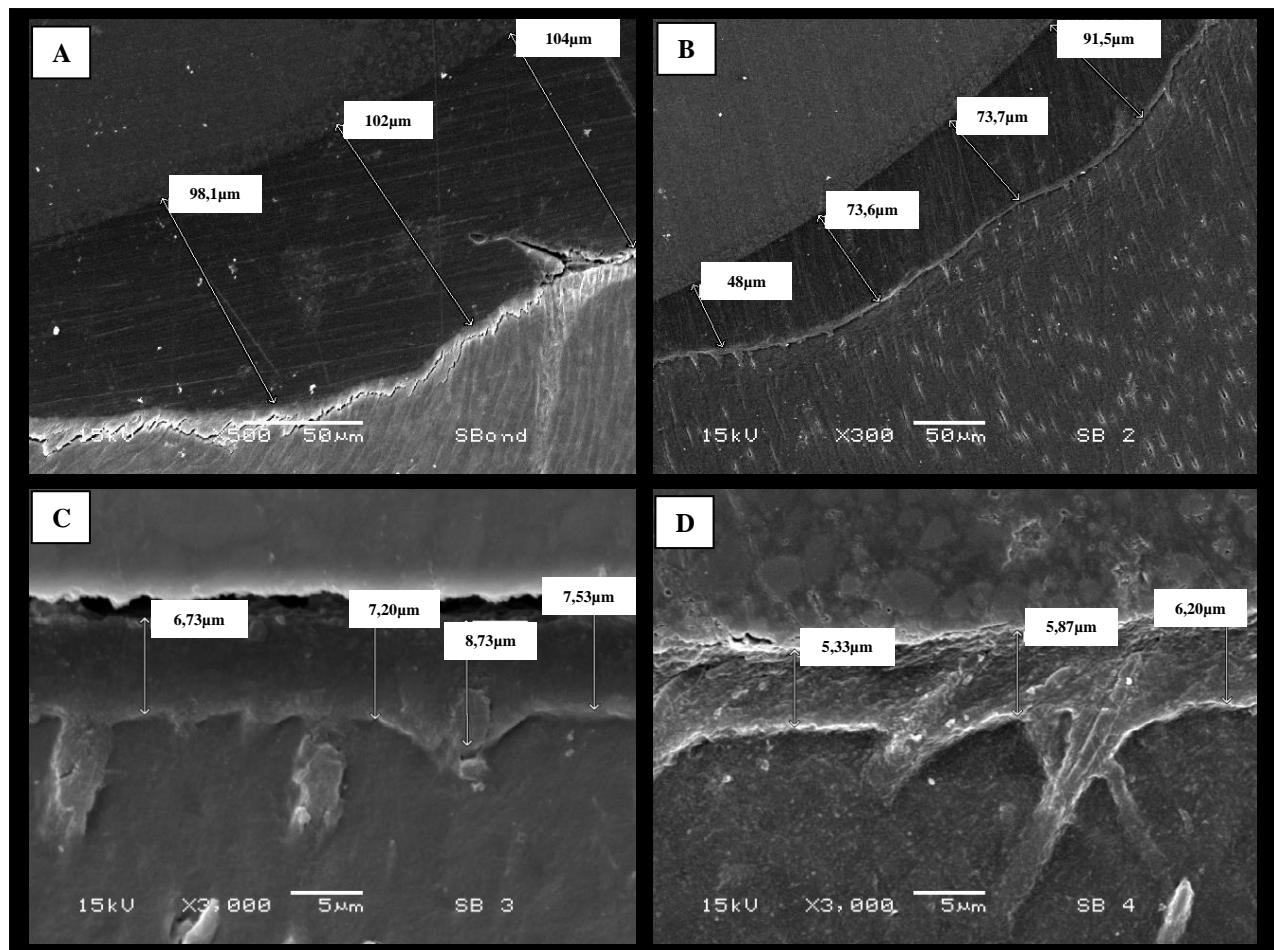


Figura 3: Microscopias (MEV) ilustrando as espessuras em micrometros de camada adesiva para os grupos onde foi aplicado o sistema adesivo Scotchbond (A- Grupo 1; B- Grupo 2; C- Grupo 3; e D- Grupo 4).

## **Evaluation of bond strength and thickness of adhesive layer according to the techniques of applying adhesives in composite resin restorations**

Fernando Carlos Hueb de MENEZES, PhD<sup>1</sup>

Stella Borges da SILVA, DDS<sup>3</sup>

Luciano de Souza GONÇALVES, PhD<sup>1</sup>

Thiago Assunção VALENTINO, PhD<sup>1</sup>

Maria Angélica Hueb de Menezes OLIVEIRA, PhD<sup>1</sup>

Alessandra Nara de Souza RASTELLI, PhD<sup>2</sup>

<sup>1</sup>DDS, PhD, Department of Biomaterials Division, Faculty of Dentistry of Uberaba, University of Uberaba, Uberaba, MG, Brazil

<sup>2</sup>DDS, PhD, Department of Restorative Dentistry, Araraquara School of Dentistry UNESP, Araraquara, SP, Brazil

<sup>3</sup>DDS, Graduate Student of Biomaterials Division, Faculty of Dentistry of Uberaba, University of Uberaba, Uberaba, MG, Brazil

**Correspondence:** Prof. Dr. Fernando Carlos Hueb de Menezes, Departamento de Materiais Odontológicos, Faculdade de Odontologia da Universidade de Uberaba (UNIUBE), Av Nenê Sabino, 1801, 38055-500, Uberaba, MG, Brasil. Tel: +55-34-3319-8741.

e-mail: fernando.menezes@uniube.br

## ABSTRACT

Adhesive restorations has been increasingly used in dentistry and the adhesive system application technique may determine the success of the restorative procedure. The aim of this study was to evaluate the influence of the application technique of two adhesive systems (Clearfil SE Bond and Adper Scotchbond Multipurpose) on bond strength and adhesive layer thickness of resin composite restorations. A total of 80 human third molars were selected and prepared with Class I occlusal cavities. The teeth were restored with resin composite (Filtek-Z350 – 3M ESPE) using various application techniques for both adhesives, according to the following groups (n=10): Group 1 (Control) – systems were applied and adhesive was immediately light activated for 20 seconds without removing excesses; Group 2 – excess adhesive was removed with a light jet-of-air for 5 seconds; Group 3 - excess was removed with a dry microbrush type device; and Group 4 – a light jet-of-air was applied after the microbrush and then light activation was performed. After this the teeth were submitted to microtensile testing. For the 2 systems tested, no statistical differences were observed between Group 1 (control) and Group 2. Groups 3 and 4, presented higher bond strength values compared with the other studied groups, allowing the conclusion that excess adhesive removal with a dry microbrush could improve bond strength in composite restorations. By Scanning Electron Microscopy (SEM) predominance of adhesive fracture and thicker adhesive layer were observed in Groups 1 and 2. For Groups 3 and 4 a mixed failure pattern and thinner adhesive layer were verified.

**Key Words:** Adhesive System. Bond Strength. Resin Composite.

## INTRODUCTION

Esthetic dentistry has been increasingly applied to restorative procedures. Since the use of acid etching recommended by Buonocore(1) (1955), adhesive material bond to dental substrate has been extensively studied with the purpose of developing materials that provide greater durability of restorations, better esthetics and are easy for professionals to use. At present, with the development of more efficient adhesive systems, changes have occurred in the philosophy with regard to cavity preparation techniques, which are more conservative today(2, 3).

In dentistry, adhesion or bond may be defined as the process by which restorative materials are united to dental substrates. This union is achieved by the application of an intermediate agent, denominated dental adhesive or adhesive system (4). Thus, adhesive systems are combinations of hydrophilic and hydrophobic resin monomers of different molecular weights and viscosities. The hydrophilic type allow the adhesive to be compatible with the natural humidity of dentin, but absorb water and are therefore less stable. The hydrophobic type have a higher molecular weight, are more viscous and provide the system with higher mechanical strength and stability(5). In spite of having interesting features, they are unable to penetrate into the porosities created during hybridization, thus hydrophilic resin diluents and solvents are added to the composition(2-4). Thus, adhesive systems are widely used in direct treatments such as in restorations of anterior and posterior cavities, fissure sealing, bonding fractured fragments, correction of dental morphology, and in indirect procedures involving cementation of intracanal posts, ceramics and composites(6). Irrespective of the material to be applied directly or indirectly on the dental structure, the restorative material bond to the tooth is mediated by the adhesive systems(4, 7).

Nevertheless, in spite of constant development of the adhesion process, it has still not been possible to resolve the problems inherent to the application and behavior of materials(8). Manufacturers frequently release new products, or new versions of existent products, with promises of better results, but they still run into the complex structure of dental substrate. Adhesive bond to enamel may be considered an efficient and predictable clinical procedure, whereas bond to dentin has been inconsistent, mainly due to the structural and chemical instability of this biologic composite, which affects the bond mechanism of the restorative material(9, 10).

The bond process involves two stages: The first consists of the removal of calcium phosphates from the enamel and dentin, with the subsequent formation of microporosities in both substrates. The second stage involves infiltration and later *in situ* polymerization of the adhesive system, creating the so-called hybrid layer(11). This layer promotes good sealing at the interface between the dental substrate and restorative material, diminishing the possibility of gap formation, marginal leakage, sensitivity and consequent recurrence of caries(9, 10). The resultant micromechanical retention is based on a mechanism of diffusion, which was described for the first time by Nakabayashi *et al.*(11) (1982) and is commonly referred to as hybridization(12-14). Based on the above-mentioned adhesive strategy, the adhesive systems currently available involve two approaches: One with previous acid etching (wet technique) and the other with self-etching adhesives (dry technique)(14, 15).

The possibility of achieving adhesion without the need for acid etching of dentin and less previous exposure of collagen fibers has been evaluated in a new philosophy, in which the acid and primer are applied together(16, 17) and at the same time in which demineralization occurs, there is adhesive infiltration into the entire etched area. Thus, the region demineralized by the self-etching primer would be filled by the hydrophilic

monomers and the hybrid layer thickness may be considered the depth of dentin demineralization(18).

Conventional adhesives require prior acid etching to prepare the dental substrate and allow infiltration of the adhesive monomers. However, the durability of the bond of this system has been questioned, particularly due to the permanence of a layer of unprotected collagen fibers under the hybrid layer. The efficacy of the conventional adhesive and durability of the hybrid layer depend on the penetration of monomers into the depth demineralized by the acid(17). The depth of acid penetration, when these systems are used, is not completely enveloped by the adhesive system, so that there is an area that the acid has demineralized, which is humid and will not be filled by the material. This humidity tends to degrade the hybrid layer, influencing its longevity(19). Uniform infiltration of hydrophilic monomers throughout the entire portion of demineralized dentin, to protect and reinforce the collagen fiber network, is rarely a pattern found in these systems(20), giving rise to a new philosophy, which presents the application of acid and primer in one and the same component(14).

The results provided by the different adhesive systems are influenced to a greater extent by the form of application used by the dentist, than by the properties inherent to each of the materials(12). It is essential to take care during the steps of the adhesive technique, particularly with regard to the adhesive formed after the procedure has been performed. A thick layer of adhesive may harm bond strength and lead to staining and post-operative sensitivity(21-23). This makes it important to control the clinical conditions of performing the restorative technique in order to obtain the best bond results. Therefore, being aware of patients' esthetic demands and knowing about the aspects that involve adhesive systems, the aim of this study was to evaluate the influence of the application technique of two adhesive systems on the bond strength and

adhesive layer thickness of resin composite restorations. The null hypothesis of the study suggested that there was no influence of the techniques for excess adhesive removal on the bond strength of restorations.

## MATERIAL AND METHODS

### ***Selection and Preparation of Teeth:***

After being submitted to and approved by the Ethics Committee of the University of Uberaba (CAE: 004.0.227.000-10), 80 recently-extracted human third molar teeth, obtained from the Human Tooth Bank at the University of Uberaba, were cleaned with periodontal curettes and stored in a 0.9% saline solution with 0.1% Thymol. Afterwards the tooth roots were embedded in acrylic resin in a P.V.C. tube measuring 25 mm in diameter by 15 mm high, so that the crowns remained completely exposed in the direction of the long axis of the teeth. A diamond tip #1095 (KG Sorensen) was used at high speed under abundant cooling, to prepare Class I type occlusal cavities, with 6 mm extension in the disto-mesial direction, 1mm in the vestibulo-lingual direction and 2mm depth, standardized by using a machine adapted for performing cavity preparations.

### ***Adhesive System Application Techniques:***

The teeth were restored with composite resin by the incremental technique (Filtek-Z350 – 3M ESPE) using two types of adhesive systems, one being self-etching CL (Clearfil SE Bond – Kuraray) and one conventional SB (Adper Scotchbond Multipurpose – 3M ESPE), with the application techniques varying according to the following groups (n=10):

Group CL1 (control) – Cavity drying. Acidified primer application, with light rubbing for 20 seconds. Insertion of adhesive without application of a jet of air. Light activation for 20 seconds. Insertion of resin (Filtek Supreme XT-Z350 – 3M ESPE) according to the incremental technique.

Group CL2 – followed the same sequence as the previous group, however, a light jet of air was applied for 5 seconds after primer application, and prior to light activation the excess adhesive was removed with a light jet of air, for 5 seconds as well;

Group CL3- followed the same sequence as the previous group, however, after adhesive application, a time of 20 seconds was waited, and excess was removed with a dry microbrush type of device;

Group CL4 - followed the same sequence as the previous group, however, after adhesive application, the excess was removed with a dry microbrush and a light jet of air for 5 seconds.

Group SB1 (control) – Cavity drying. Prior acid etching for 15 seconds. Washing for 15 seconds. Drying with absorbent paper. Primer application for 20 seconds without agitation. Adhesive application. Light activation for 20 seconds. Insertion of resin (Filtek Supreme XT-Z350 – 3M ESPE) according to the incremental technique.

Group SB2 – same sequence as the previous group, however, before light activation the excess adhesive was removed with a light jet of air for 5 seconds;

Group SB3 – same sequence as the previous group, however, before light activation the excess adhesive was removed with a dry microbrush type device;

Group SB4 – same sequence as the previous group, however, before light activation the excess adhesive was removed with a dry microbrush, associated with a light jet of air for 5 seconds.

The resin composite was applied by means of oblique increments of a maximum of 1mm thickness according to the incremental technique. After this, the roots of the restored teeth were removed with a diamond disc.

***Sample Preparation for Microtensile Testing:***

The test specimens were fixed in an acrylic support with low-melting point wax (Exata, DFL – Brazil), and were adapted to a precision cutter ISOMET 1000 (Buehler). Under constant irrigation, the teeth were sectioned perpendicular to the bond surface, thus obtaining 5 sections in the pulp wall region. The interface was sectioned at a thickness of 1mm in the vestibulo-lingual direction into hourglass-shaped specimens and afterwards taken to the machine to perform the microtensile tests.

The areas of specimens selected for the microtensile test were measured with a digital pachymeter (Digimatic Caliper), with 0.01mm precision, and measurements were recorded. After this, the specimens were individually picked up with the aid of forceps (STAINLESS STEEL AA/ General number 401-AA) and fixed to the device by their extremities, using instant cyanoacrylate-based adhesive (Zapit, DVA), with the bond area placed perpendicular to the long axis of the microtensile force, in order to perform the microtensile test. The mechanical microtensile test was performed in a Universal Test Machine DL 3000 (EMIC 2003), previously adjusted for tensile forces, with a load cell of 50 Kgf capacity, at a speed of 0.5mm/min. At the time of fracture, movement was immediately stopped and the data were collected for making calculations later. The final adhesive bond strength values were calculated by dividing the rupture load values obtained in Newton (N), by the cross sections of the hourglass-shaped specimens, obtained in mm<sup>2</sup>, thus being expressed in MPa. Afterwards statistical analysis of the results was performed (ANOVA and complementary Tukey test). In

addition, the specimens were analyzed by Scanning Electron Microscopy to observe the fracture patterns and the adhesive layer of the restorations.

## **RESULTS**

As the results presented a normal and homogenous curve, adoption of the ANOVA parametric test was allowed ( $p<0.001$ ). For verification of significance it was necessary to apply the Tukey complementary test, both at a level of significance of 5% (Table 1). No statistical difference was observed between Groups 1 and 2. For Groups 3 and 4, higher bond strength values were found for the two adhesive systems tested in comparison with the other studied groups.

By Scanning Electron Microscopy the predominance of adhesive fracture was observed (Fig. 1A), as well as greater thickness of the adhesive layer for Groups 1 and 2 (Figs. 2A, 2B, 3A and 3B). For Groups 3 and 4 predominance of the mixed failure pattern was verified (Fig. 1B) and thinner adhesive layer for both studied adhesives (Figs. 2C, 2D, 3C and 3D).

## **DISCUSSION**

The null hypothesis of the present study was rejected. The adhesive system application techniques influenced the results, interfering in the bond strength values in the groups studied for the two tested adhesive systems.

Adhesive restorations have been widely used for esthetic and functional restoration of teeth. At present, composites have acquired a prominent place among materials used in direct techniques. Their considerable esthetic possibilities have made

them preferable for various therapeutic indications. These materials conserve dental structure, as they are retained by adhesive methods and do not require additional mechanical retention. Nevertheless, they are high technique sensitive(24).

In spite of the technological advancement of these materials, there are still controversies as regard the efficacy of adhesive restorations. Adhesive systems must be used with awareness of their limitations. This fact leads to the understanding that this advancement applied to adhesive systems does not necessarily correspond to an improvement in the quality of the product, but also to efficacy during their use(4).

There are different application techniques according to the type of composition of the adhesive system used(17, 25-27). However, the manufacturers of these products do not present clear information about the techniques for use, mainly with reference to application of the adhesive. In the present study the self-etching adhesive system Clearfil SE Bond and conventional Adper Scotchbond Multipurpose Plus were chosen, because they are products widely used by professionals in the adhesive dentistry field, and because they do not have explanatory instructions about the adhesive application technique.

There has been a great deal of discussion about treatment of the dentin substrate and application of primers with different solvents and mechanisms of action(6, 16, 28). However, there has not been a great deal of concern with regard to application of the adhesive, particularly as regards thickness of the film and removal of excesses of the material. There are studies that have shown evidence that a thick layer of adhesive may diminish the bond strength of adhesive restorations, compromising their longevity(21-23). Clinically, the adhesive must be applied carefully. Very thick layers may be deposited, particularly in the internal angles of a cavity, determining significant reduction in bond quality(4).

Some companies do not approach the subject of removing adhesive excesses of their systems, and determine that light activation must be performed immediately after they have been applied. However, in the present study it was observed that immediate polymerization for both adhesives caused a reduction in bond strength of the restorations, which may be observed from the values obtained (CL1: 12,98MPa and SB1: 12,85MPa) and by the predominance of adhesive failures (Fig. 1A), in which the material debonded from the dentinal substrate. In addition, a thicker adhesive layer was observed at the interface (Figs. 2A and 3A). In this context, Carvalho *et al.*(4) (2004) warned that polymerizing the adhesive immediately after its application caused serious harm to the procedure. The material is not adequately polymerized, thus compromising bond strength, with resultant degradation of the interface and post-operative sensitivity (4).

Other companies have suggested that the component should be applied in a single layer and that excess should be removed with a light jet of air, without any standardization. In the present study, the application of a light jet of air after application of the adhesive did not interfere positively in the results (CL2: 13,88 MPa and SB2: 14,34MPa), and there was no statistical difference for Groups CL1 and SB1, with predominance of the adhesive failure pattern as well. Moreover, the adhesive layer verified was also shown to be very thick (Figs. 2B and 3B). Studies have shown that the jet of air may negatively influence the bond of the restoration. Incorporation of oxygen into the matrix and disorderly spreading of the film may interfere in the bond quality and longevity of the restoration, in addition to causing staining at the interface(25, 29). The results of the present study are in agreement with those obtained by Hilton and Schwartz(29) (1995), who observed that with the jet of air, there is no control over

spreading of the adhesive and this may result in an adhesive layer without uniformity, negatively influencing the bond strength of the restoration.

In this context, careful removal of excesses may provide a more effective bond. In the other groups, in which a dry, microbrush type device was used for removing the excess adhesive, statistically higher results were observed (CL3: 20,53MPa; CL4: 19,74MPa; SB3: 20,09MPa and SB4: 20,63MPa), resulting in higher bond strength values (Table 1), furthermore proved by the predominance of mixed failure, (Fig.1B), and a thinner adhesive layer (Figs. 2C, 2D, 3C and 3D). The application of light jets of air after removing the excesses with the microbrush (Groups CL4 and SB4) also had no influence on the results. This could be justified by the good absorption capacity of the device, preventing the adhesive from simply being displaced to other regions of the tooth, and providing a thinner and more uniform adhesive layer. This may have determined the higher bond strength found, in agreement with the study of Retief *et al.*(22) (1989), who verified that a thick or heterogeneous layer of adhesive could harm the bond interface, promoting a reduction in adhesiveness of the restorative material.

Therefore, one observes that the companies responsible for manufacturing the materials could help in a clearer manner with regard to the clinical methods of application of their products. However, the majority of them present information with very little detail, which could lead to errors being committed by the dentist. Thus, it is the professional's responsibility to research and know about the mechanisms of adhesion in order to apply adhesive systems in the best possible manner, with the purpose of avoiding possible post-restorative failures, thereby increasing the longevity of restorations.

## CONCLUSION

Within the limitations of this study, it was possible to conclude that:

- The adhesive system application technique influenced the bond strength of resin composite restorations.
- The removal of excess adhesive with the dry microbrush type device, prior to light activation, allowed better bond strength results and adhesive layer thickness to be obtained for the tested adhesives.
- The application of light jets of air is not an efficient method for removing excesses of adhesive.

## REFERENCES

1. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
2. Cabrera E, Macorra JC. Microtensile bond strength distributions of three composite materials with different polymerization shrinkages bonded to dentin. *J Adhes Dent* 2011;13:39-48.
3. McLeod ME, Price RB, Felix CM. Effect of configuration factor on shear bond strengths of self-etch adhesive systems to ground enamel and dentin. *Oper Dent* 2011;35:84-93.
4. Carvalho RM. Sistemas Adesivos: Fundamentos para a compreensão de sua aplicação em clínica. *Revista Biodonto* 2004;2:66.

5. de Andrade e Silva SM, Carrilho MR, Marquezini Junior L, Garcia FC, Manso AP, Alves MC, et al. Effect of an additional hydrophilic versus hydrophobic coat on the quality of dentinal sealing provided by two-step etch-and-rinse adhesives. *J Appl Oral Sci* 2009;17:184-189.
6. Reis A, Zander-Grande C, Kossatz S, Stanislawczuk R, Manso A, de Carvalho RM, et al. Effect of mode of application on the microtensile bond strength of a self-etch and etch-and-rinse adhesive system. *Oper Dent* 2011;35:428-435.
7. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande RH, et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent* 2008;36:309-315.
8. Reis A, Loguercio AD, Carvalho RM, Grande RH. Durability of resin dentin interfaces: effects of surface moisture and adhesive solvent component. *Dent Mater* 2004;20:669-676.
9. Chieffi N, Chersoni S, Papacchini F, Vano M, Goracci C, Davidson CL, et al. The effect of application sustained seating pressure on adhesive luting procedure. *Dent Mater* 2007;23:159-164.
10. Cho BH, Dickens SH. Effects of the acetone content of single solution dentin bonding agents on the adhesive layer thickness and the microtensile bond strength. *Dent Mater* 2004;20:107-115.
11. Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982;16:265-273.
12. Giachetti L, Scaminaci Russo D, Bambi C, Nieri M, Bertini F. Influence of operator skill on microleakege of total-etch and self-etch bonding systems. *J Dent* 2008;36:49-53.

13. Irie M, Suzuki K, Watts DC. Immediate performance of self-etching versus system adhesives with multiple light-activated restoratives. *Dent Mater* 2004;20:873-880.
14. Koibuchi H, Yasuda N, Nakabayashi N. Bonding to dentin with a self-etching primer: the effect of smear layers. *Dent Mater* 2001;17:122-126.
15. do Amaral RC, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Gagler D, Reis A, Loguercio AD. Bond strength and quality of the hybrid layer of one-step self-etch adhesives applied with agitation on dentin. *Oper Dent* 2011;35:211-219.
16. Sensi LG, Lopes GC, Monteiro S, Jr., Baratieri LN, Vieira LC. Dentin bond strength of self-etching primers/adhesives. *Oper Dent* 2005;30:63-68.
17. Soares CG, Carracho HG, Braun AP, Borges GA, Hirakata LM, Spohr AM. Evaluation of bond strength and internal adaptation between the dental cavity and adhesives applied in one and two layers. *Oper Dent* 2011;35:69-76.
18. Tamura Y, Tsubota K, Otsuka E, Endo H, Takubo C, Miyazaki M, et al. Dentin bonding: Influence of bonded surface area and crosshead speed on bond strength. *Dent Mater J* 2011;30:206-211.
19. 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;78:906-911.
20. Benderli Y, Yucel T. The effect of surface treatment on the bond strength of resin composite to dentin. *Oper Dent* 1999;24:96-102.
21. Ausiello P, Apicella A, Davidson CL. Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restorations--a 3D finite element analysis. *Dent Mater* 2002;18:295-303.

22. Retief DH, Wendt SL, Bradley EL. Effect of adhesive thickness on the shear bond strength of Scotchbond 2/Silux to dentin. *Am J Dent* 1989;2:341-344.
23. D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, et al. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent* 2009;11:109-115.
24. Hervas-Garcia A, Martinez-Lozano MA, Cabanes-Vila J, Barjau-Escribano A, Fos-Galve P. Composite resins. A review of the materials and clinical indications. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal* 2006;11:E215-220.
25. Elkassas D, Taher HA, Elsahn N, Hafez R, El-Badrawy W. Effect of the number of applications of acetone-based adhesives on microtensile bond strength and the hybrid layer. *Oper Dent* 2009;34:688-696.
26. Van Meerbeek B, De Munck J, Mattar D, Van Landuyt K, Lambrechts P. Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment. *Oper Dent* 2003;28:647-660.
27. Marshall GW, Jr. Dentin: microstructure and characterization. *Quintessence Int* 1993;24:606-617.
28. Oliveira SS, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe LG, Marshall SJ, Marshall GW, Jr. The influence of the dentin smear layer on adhesion: a self-etching primer vs. a total-etch system. *Dent Mater* 2003;19:758-767.
29. Hilton TJ, Schwartz RS. The effect of air thinning on dentin adhesive bond strength. *Oper Dent* 1995;20:133-137.

Table 1: Bond strength (MPa) and standard deviation of resin composite restorations according to the adhesive system application technique.

| <b>Groups</b> | <b>Bond Strength (MPa) and Standard Deviation</b> |                  |
|---------------|---|------------------|
|               | <b>Clearfil</b>                                   | <b>Scothbond</b> |
| <b>G1</b>     | 12.98 (1.31)Bb                                    | 12.85 (2.11)Bb   |
| <b>G2</b>     | 13.88 (1.55)Bb                                    | 14.34 (2.37)Bb   |
| <b>G3</b>     | 20.53 (1.80)Ab                                    | 22.09 (1.49)Aa   |
| <b>G4</b>     | 19.74 (1.97)Ab                                    | 20.63 (2.75)Ab   |

*Distinct letters indicate statistical difference in the bond strength values among groups, with capitals used for comparison in columns and lower case letters for comparison in lines.*

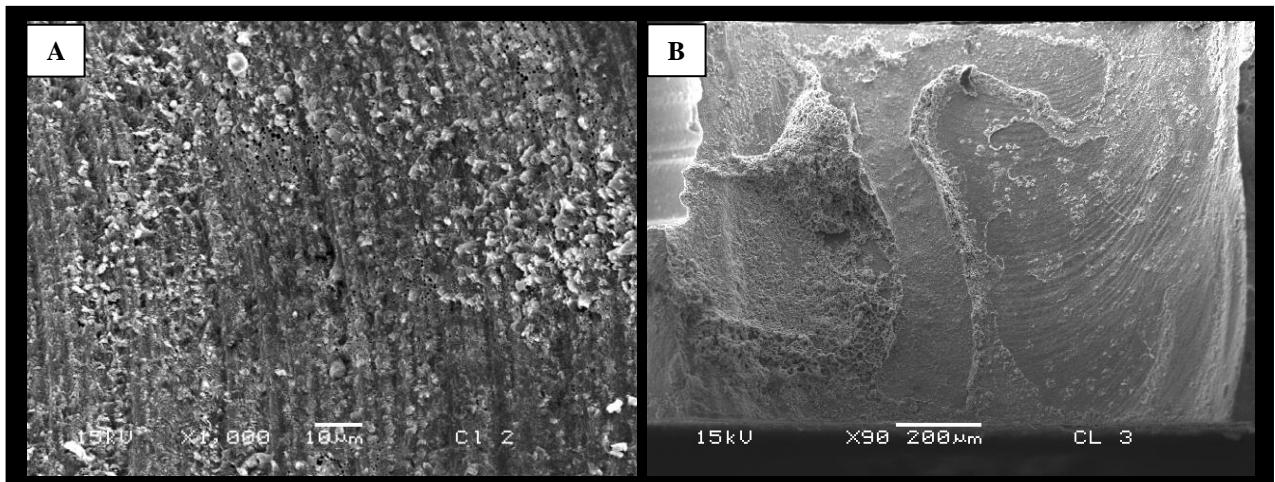


Figure 1: SEM illustrating the fracture patterns (A- Adhesive Fracture; B- Mixed Fracture).

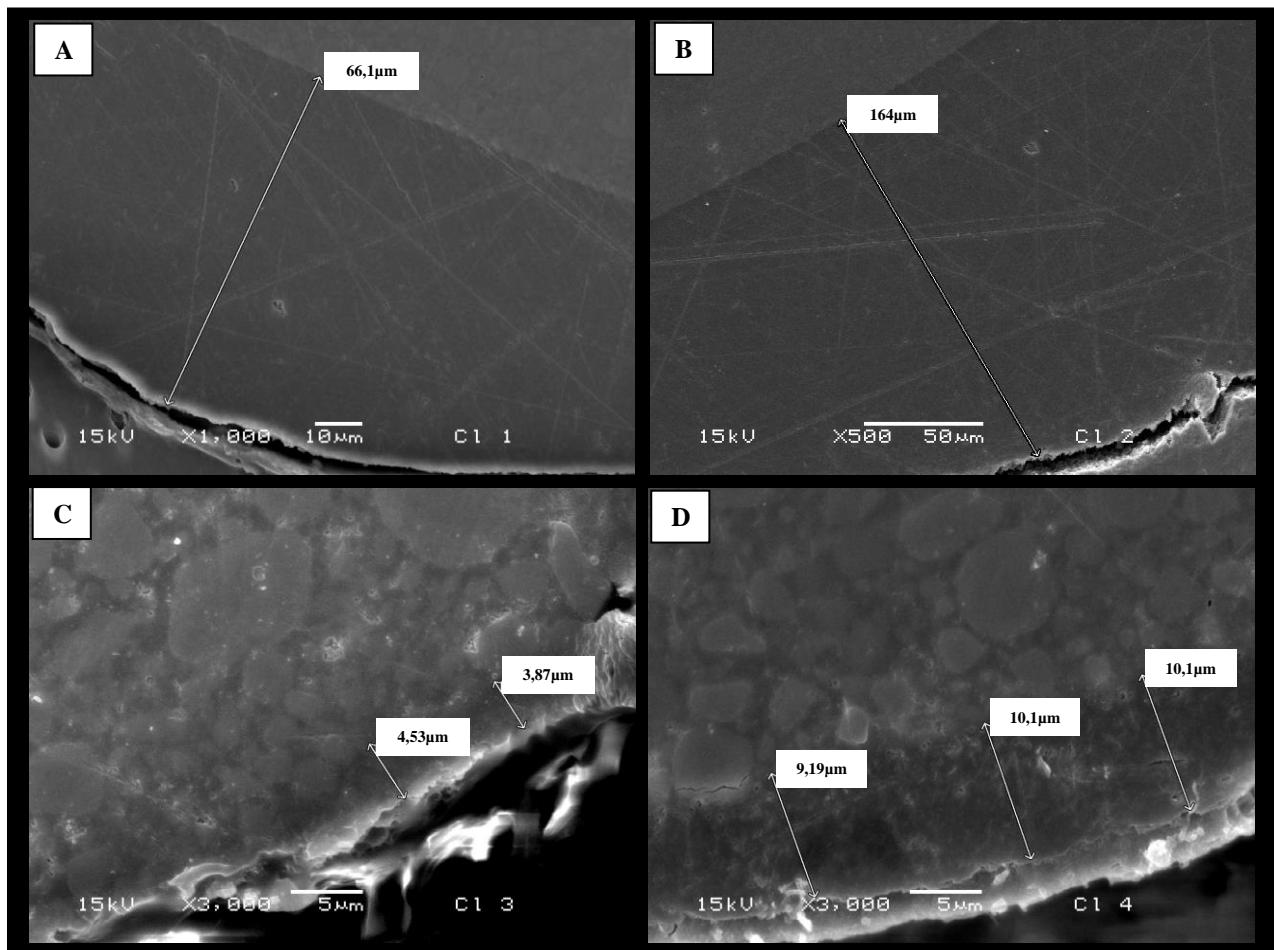


Figure 2: SEM illustrating the adhesive layer thicknesses in micrometers for the groups in which the adhesive system Clearfil was applied (A- Group 1; B- Group 2; C- Group 3; and D- Group 4).

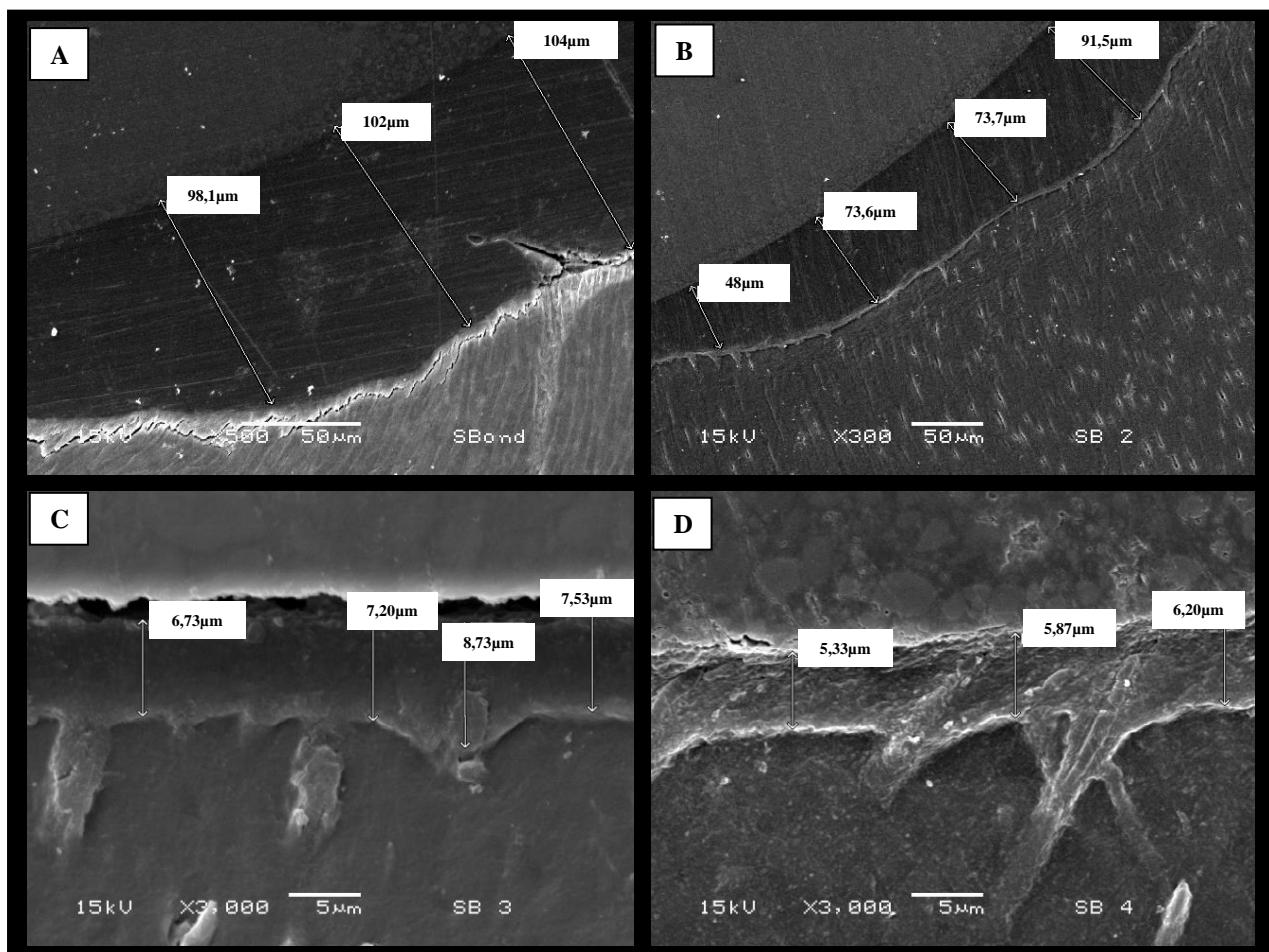


Figure 3: SEM illustrating the adhesive layer thicknesses in micrometers for the groups in which the adhesive system Scotchbond was applied (A- Group 1; B- Group 2; C- Group 3; and D- Group 4).