

**UNIVERSIDADE FEDERAL DO ESPÍRITO SANTO**  
**CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE**  
**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA**

**LUCAS MENDES GODOY**

**EFEITO DO USO PRÉVIO E DA ABERTURA DOS FRASCOS DE  
SISTEMAS ADESIVOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA**

**VITÓRIA**  
**2014**

LUCAS MENDES GODOY

**EFEITO DO USO PRÉVIO E DA ABERTURA DOS FRASCOS DE  
SISTEMAS ADESIVOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Clínica Odontológica.  
Orientadora: Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Flávia Bittencourt Pazinato

**VITÓRIA**

**2014**

**LUCAS MENDES GODOY**

**EFEITO DO USO PRÉVIO E DA ABERTURA DOS FRASCOS DE  
SISTEMAS ADESIVOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA**

Dissertação apresentada ao Curso de Mestrado do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Universidade Federal do Espírito Santo, como requisito parcial para obtenção do grau de Mestre em Clínica Odontológica.

Aprovada em 17 de novembro de 2014.

**COMISSÃO EXAMINADORA**

---

**Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Flávia Bittencourt Pazinato**  
**Universidade Federal do Espírito Santo**  
**Orientadora**

---

**Prof. Dr. Anuar Antonio Xible**  
**Universidade Federal do Espírito Santo**

---

**Prof.<sup>a</sup> Dr.<sup>a</sup> Celiane Mary Carneiro Tapety**  
**Universidade Federal do Ceará**

*"Seja você quem for, seja qualquer posição social que você tenha na vida, a mais alta ou a mais baixa, tenha sempre como meta muita força, muita determinação e sempre faça tudo com muito amor e com muita fé em Deus, que um dia você chega lá. De alguma maneira você chega lá."*

**Ayrton Senna**

## DEDICATÓRIA

A Deus

Aos meus pais

Ao meu amor *Wanessa Cavalcante*

Ao meu fiel companheiro Lucky Filho

## AGRADECIMENTOS

A Deus, por me guiar durante essa caminhada, me capacitando e me fortalecendo em todos os momentos.

Aos meus pais, Marcos Godoy e Marli Godoy, pelo amor, compreensão e incentivo para que eu pudesse concretizar mais essa etapa da minha formação.

A Wanessa Siqueira Cavalcante, pelo amor, respeito, dedicação durante todo o mestrado, por entender os momentos de ausência, sempre me incentivando a prosseguir mesmo nos momentos difíceis e realizar meus sonhos. Obrigado por tudo.

Ao tio Romildo Andrade (*in memoriam*), tia Idenir Andrade e vó Talita Mendes (*in memoriam*) por sempre acreditarem em mim e incentivarem a concretizar os meus estudos.

Ao Willian da Silva Cavalcante, Willian da Silva Cavalcante Filho e Eliane Siqueira pelas palavras de ânimo, incentivo e conselhos.

A todos meus amigos do mestrado pela convivência e trocas de experiências. Em especial ao Jairo Ferreira e Karine Pimentel pela amizade durante o mestrado.

Em especial a minha orientadora Flávia Bittencourt Pazinato, pela honra de ter confiado em mim esta pesquisa, pela amizade, dedicação e ensinamentos que me fizeram crescer como pessoa e profissionalmente.

A Prof<sup>a</sup>. Selva Maria Gonçalves Guerra, coordenadora deste mestrado, pela ajuda, convivência e incentivo durante esses 2 anos.

Ao Prof. Rafael Ballester por ter me aceitado em seu laboratório na FOUSP e sempre transmitindo seus conhecimentos para o meu crescimento.

Aos Laboratórios de Biomateriais e Biologia Oral da Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo (FOUSP) especialmente ao Sr. Antônio pela ajuda e atenção durante o experimento, sempre sanando minhas dúvidas.

A prof<sup>a</sup>. Maria da Conceição Moulim da Silva Soares e ao Banco de Dentes Humanos da FAESA pela doação dos dentes utilizados nesta pesquisa.

A banca da qualificação e defesa Dr<sup>a</sup>. Flávia Bittencourt Pazinato, Dr. Anuar Antonio Xible, Dr<sup>a</sup>. Stefania Carvalho Kano e Dr<sup>a</sup>. Celiane Mary Carneiro Tapety, pela disponibilidade e pelas correções desta dissertação.

A todos os professores e funcionários do Mestrado em Clínica Odontológica pelos conhecimentos transmitidos, amizade e ajuda nos momentos em que precisei. Especialmente ao Igor da Silva Eler e a Regina Lucia Sales.

A todos os professores do Programa Nacional de Cooperação Acadêmica (PROCAD/CAPES) entre a Universidade Federal do Espírito Santo e a Universidade de São Paulo, pela valiosa oportunidade de aprendizado na FOU SP.

## RESUMO

**OBJETIVO:** Avaliar a influência do uso prévio e da abertura dos frascos na resistência de união de sistemas adesivos à dentina [Prime & Bond 2.1 (PB2.1), acetona; e Adper™ Single Bond 2 (SB2), álcool/água]. **MATERIAL E MÉTODOS:** Foram utilizados 16 dentes molares humanos hígidos divididos em 6 grupos, de acordo com o tipo de material e tempo de abertura, cujas dentinas foram preparadas para receber os sistemas adesivos e a resina composta. Para os grupos controle (PBC e SBC) foram utilizados frascos novos dos sistemas adesivos. Os grupos PB24h e SB24h tiveram seus frascos deixados abertos por 24 horas. Os grupos PBS e SBS sofreram simulação de uso e, posteriormente, os frascos foram deixados abertos por 24 horas. Os espécimes foram submetidos ao teste de microtração (0,5 mm/min) e os dados (MPa  $\pm$  dp) foram tratados com os testes estatísticos de Shapiro-Wilk, ANOVA e Duncan ( $\alpha=0,05$ ). **RESULTADOS:** Grupo PBC (26,25  $\pm$  3,69) mostrou diferença estatisticamente significativa em relação aos grupos PB24h (19,21  $\pm$  7,65) e PBS (20,79  $\pm$  6,66), similares entre si. Não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos SBC (30,05  $\pm$  14,12), SB24h (32,27  $\pm$  7,48) e SBS (30,14  $\pm$  6,06). Os grupos PB24h e PBS mostraram os menores valores de resistência adesiva dentre todos os grupos testados. **CONCLUSÃO:** O uso prévio de um sistema adesivo à base de acetona, assim como deixar seu frasco aberto, influenciam diretamente na sua resistência adesiva à dentina. Todavia, não há influência quando o sistema adesivo é à base de água/etanol.

**PALAVRAS-CHAVE:** Adesivos dentinários; Solventes; Evaporação; Resistência à tração.

**RELEVÂNCIA CLÍNICA:** Utilizar diariamente o sistema adesivo à base de acetona e deixá-lo aberto inadvertidamente resulta em menor resistência de união à dentina, possivelmente pela evaporação passiva do solvente.



## ABSTRACT

**AIM:** to assess the influence of previous use and opening of bottles on bond strength of dentin adhesive systems [Prime & Bond 2.1 (PB2.1), acetone solvent; and Adper™ Single Bond 2 (SB2), alcohol/water solvent]. **MATERIAL AND METHODS:** sixteen sound human molars were used and distributed into six groups, according to type of material and opening time, whose dentins were prepared in order to receive adhesive systems and composite resin. Fresh bottles of the materials were used for the control groups (PBC and SBC). The PB24h and SB24h groups had their bottles kept opened for 24 hours. The PBS and SBS groups had their use simulated and then the bottles were kept opened for 24 hours. The specimens were subjected to microtensile bond strength ( $\mu$ TBS) (0,5 mm/min) and the data (MPa  $\pm$  SD) were treated with the Shapiro-Wilk, ANOVA and Duncan ( $\alpha=0.05$ ) statistical tests. **RESULTS:** the PBC group ( $26.25 \pm 3.69$ ) showed statistically significant difference when compared with PB24h ( $19.21 \pm 7.65$ ) and PBS ( $20.79 \pm 6.66$ ) groups, which were similar. There were no statistically significant difference between the SBC ( $30.05 \pm 14.12$ ), SB24h ( $32.27 \pm 7.48$ ) e SBS ( $30.14 \pm 6.06$ ) groups. The PB24h and PBS groups showed the lowest bond strength values among the all groups tested. **CONCLUSION:** the previous use of one acetone-based adhesive system, as well as keeping its bottle opened influence directly on dentin bond strength. However, there was no influence when the adhesive system is based on water/ethanol.

**KEYWORDS:** Dentin-bonding agents; Solvents; Evaporation; Tensile strength.

**CLINICAL RELEVANCE:** the daily use of the acetone-based adhesive system and keeping it opened improperly leads to lower dentin bond strength, probably due to passive evaporation of solvent.

## LISTA DE ABREVIATURAS

Bis-GMA – bisfenol A glicil di-metacrilato

HEMA – 2-hidroxi-etil metacrilato

EUA – Estados Unidos da América

FAESA – Faculdades Integradas de São Pedro

PVC – Policloreto de vinil

PBC – Prime & Bond 2.1 Controle

PB24h - Prime & Bond 2.1 24 horas

PBS - Prime & Bond 2.1 Simulação

SBC – Single Bond 2 Controle

SB24h – Single Bond 2 24 horas

SBS- Single Bond 2 Simulação

FOUSP - Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

## LISTA DE SÍMBOLOS

% - porcentagem

mm – milímetro

mm<sup>2</sup> – milímetro quadrado

μl – microlitro

°C – graus Celsius

mW – miliwatt

MPa – megapascal

min – minuto

cm – centímetro

cm<sup>2</sup> – centímetro quadrado

mmHg – milímetros de mercúrio

## LISTA DE TABELAS

Tabela 1- Materiais e fabricantes utilizados neste estudo.....	23
Tabela 2- Estatísticas descritivas em MPa de acordo com os grupos e resultados do teste de comparação estatística.....	27

# SUMÁRIO

<b>1. INTRODUÇÃO GERAL .....</b>	<b>13</b>
<b>2. ARTIGO (VERSÃO EM PORTUGUÊS) .....</b>	<b>20</b>
2.1 INTRODUÇÃO .....	21
2.2 MATERIAL E MÉTODOS .....	23
2.3 RESULTADOS .....	27
2.4 DISCUSSÃO .....	28
2.5 CONCLUSÕES .....	32
2.6 REFERÊNCIAS .....	33
<b>3. REFERÊNCIAS GERAIS .....</b>	<b>35</b>
<b>APÊNDICE .....</b>	<b>39</b>
<b>APÊNDICE A .....</b>	<b>40</b>
<b>APÊNDICE B .....</b>	<b>56</b>
<b>ANEXO .....</b>	<b>57</b>
<b>ANEXO A .....</b>	<b>58</b>
<b>ANEXO B .....</b>	<b>61</b>
<b>ANEXO C .....</b>	<b>62</b>

## **1. INTRODUÇÃO GERAL**

As restaurações adesivas diretas têm sido amplo objeto de pesquisa já que, ao longo dos anos, houve a introdução de novos materiais e técnicas restauradoras com intuito de serem aperfeiçoadas, levando a um maior sucesso e longevidade clínica. Há fatores intrínsecos ao substrato e aos materiais, assim como metodologias específicas para se avaliar a efetividade das restaurações adesivas, que devem ser conhecidos e que serão descritos adiante.

A resistência adesiva, ou de união, é uma das análises mais comuns para mensurar a força que une um material a um substrato. Este teste mecânico se dá quando há aplicação de uma carga (tensão) sobre corpos-de-prova, até que a fratura da união adesiva ocorra (NORLING, 2005; CRAIG; POWERS, 2006). Para isso, emprega-se com frequência o teste de microtração, que foi desenvolvido para minimizar as incertezas dos ensaios convencionais de tração, uma vez que permite distribuição de forças mais homogêneas (SANO *et al.*, 1994), possibilitando avaliar a resistência de união em diversas regiões de um mesmo substrato, calcular a média e o desvio padrão em um único dente, testando também a resistência de união em superfícies irregulares (PASHLEY *et al.*, 1999). Entretanto, esse teste apresenta inconvenientes como sensibilidade técnica e dificuldade de obtenção dos espécimes (FERRARI *et al.*, 2002).

Não obstante o conhecimento da adequada metodologia de análise, o entendimento dos fatores relativos ao substrato dentinário, aos sistemas adesivos em si, e a interação entre ambos são de extrema importância a fim de se explicitar a problemática da adesão ainda que os protocolos clínicos modernos sejam adequadamente seguidos.

Especificamente em relação ao substrato dentinário, a dificuldade em se obter uma adesão eficiente se dá pela sua constituição e apresentação como uma rede complexa de fibrilas de colágeno envoltas por conteúdo mineral e por túbulos dentinários, que seguem radialmente da polpa até a superfície externa do dente, além da umidade e os prolongamentos odontoblásticos dentro dos túbulos dentinários (MANDARINO, 2003; JUNQUEIRA; CARNEIRO, 2008), bem como pela

presença da *smear layer* (lama dentinária), cuja remoção é imprescindível para que haja o processo de adesão (REIS *et al.*, 2009).

Tradicionalmente, a remoção da *smear layer* se faz por meio do condicionamento ácido (ácido fosfórico 30-40%), que prepara o substrato para a adesão. Na dentina, o condicionamento ácido altera a composição e a topografia da sua superfície, aumenta o diâmetro dos túbulos dentinários e a permeabilidade dentinária, expondo as fibrilas colágenas, o que resulta em uma estrutura menos mineralizada, mais porosa, úmida, com baixa energia de superfície (ERICKSON, 1992), rugosa, e que receberá o sistema adesivo escolhido (TEN CATE, 2001; PERDIGÃO; RITTER, 2001; ANDRADE, KINA; HIRATA, 2006; BARATIERI *et al.*, 2010) para formar a camada híbrida.

A camada híbrida, imprescindível para a adequada adesão, é a interface infiltrada e polimerizada, constituída de dentina e polímero, que ocorre logo após a penetração dos monômeros nas dentinas intratubular e intertubular (NAKABAYASHI; KOJIMA; MASUHARA, 1982).

Os primeiros formadores da camada híbrida são os *primers*, que também são os promotores da adesão e agentes de infiltração, sendo fundamental sua aplicação após o condicionamento ácido da dentina. Os *primers* contêm monômeros específicos com propriedades hidrofílicas, tais como HEMA, dissolvidos em solventes orgânicos como etanol, acetona ou água (CARVALHO *et al.*, 2003). Possuem uma tensão superficial que se assemelha à energia livre de superfície da dentina condicionada, facilitando o molhamento e conseqüente infiltração do adesivo por entre as fibrilas de colágeno, assim formando a camada híbrida (ERICKSON, 1992).

Os solventes, por sua vez, são substâncias capazes de dissolver ou dispersar uma ou mais substâncias. Quando um solvente dissolve um sólido ou um líquido, as moléculas (ou íons) tornam-se separadas umas das outras e os espaços entre elas tornam-se ocupados por moléculas de solvente (VAN LANDUYT *et al.*, 2007). São indispensáveis para os sistemas adesivos, pois melhoram o molhamento e promovem a boa penetração dos monômeros na rede de fibrilas de colágeno da dentina desmineralizada e umedecida, permitindo uma ligação hidrofílica. (WATANABE; NAKABAYASHI; PASHLEY, 1994). A baixa viscosidade de iniciadores

e/ou dos monômeros é, em parte, devido à dissolução destes últimos em um solvente, melhorando a sua capacidade de difusão na superfície dentária, auxiliando a microrretenção (NAKAJIMA *et al.*, 2002).

Dentre as muitas características de um solvente, duas das mais importantes são o ponto de ebulição e a pressão de vapor. O ponto de ebulição é definido como a temperatura em que um líquido sofre uma vaporização turbulenta (ebulição), com formação de bolhas em seu interior, expandindo-se e subindo até a superfície do líquido. Um líquido entra em ebulição quando a pressão máxima de seus vapores se torna igual (ou superior) a pressão externa. No caso de um frasco aberto do sistema adesivo, a pressão externa será a pressão da atmosfera local. A pressão de vapor é uma propriedade física que está intimamente ligada à temperatura. Todavia, um líquido evapora até atingir o equilíbrio termodinâmico com o vapor, independente da temperatura em que esse líquido esteja. O equilíbrio ocorre quando a quantidade de vapor condensado é igual à quantidade de líquido vaporizado. Para maior entendimento prático, a pressão de vapor de um solvente é importante para garantir a sua boa evaporação após penetração por entre as fibrilas de colágeno da dentina condicionada, assim como a carreação adjunta de água que ele faz. Isso porque resíduos de solvente e água impedem a adequada polimerização do sistema adesivo (JACOBSEN; SÖDERHOLM, 1995; TAY; PASHLEY; YOSHIYAMA, 2002; MOODLEY; GROBLER, 2002). Quanto maior a pressão de vapor, maior será sua volatilização. Portanto, a pressão de vapor é proporcional à temperatura e inversamente proporcional à intensidade das interações moleculares (VAN LANDUYT *et al.*, 2007).

A água, o etanol e a acetona são os solventes utilizados com mais frequência na composição dos sistemas adesivos, possivelmente pelo seu baixo custo, grande disponibilidade e boa biocompatibilidade (PASHLEY *et al.*, 2001).

A água é capaz de dissolver reticulados não iônicos e os compostos polares, pois forma fortes ligações de hidrogênio. No entanto, é um solvente fraco para os monômeros, que são bastante hidrofóbicos. Essa dificuldade pode ser superada pela adição de um solvente secundário, tal como etanol ou acetona (VAN LANDUYT *et al.*, 2007). Outras capacidades da água incluem a reexpansão da rede de colágeno que sofreu colapso (CARVALHO *et al.*, 1996; CARVALHO *et al.*, 2003) e a



quebra das ligações de hidrogênio entre as fibrilas de colágeno (NAKAOKI *et al.*, 2000; CARVALHO *et al.*, 2003). No entanto, seu alto ponto de ebulição (100°C) e baixa pressão de vapor (23,8 mmHg, a 25°C) dificultam sua remoção quando aplicado sobre o substrato dental (PASHLEY *et al.*, 1998). Quando há excesso de água na camada adesiva, pode ocorrer o aprisionamento de bolhas de água, fenômeno denominado *overwet*, o que compromete a resistência de união (TAY; GWINNET; WEI, 1998) a longo prazo.

O etanol também forma ligações de hidrogênio com os seus solutos, porém é um solvente mais apropriado para solutos menos polares. Seu ponto de ebulição é 78,5°C e a pressão de vapor é mais elevada (54,1 mmHg, a 25°C) que a da água, o que lhe permite melhor evaporação por secagem ao ar. Normalmente, o etanol é usado em conjunto com a água como cossolvente, formando misturas azeotrópicas, ou seja, que não podem ser separadas em um processo de destilação simples (MOSZNER; SALZ; ZIMMERMANN, 2005). A formação de ligações de hidrogênio entre as moléculas de água e de etanol resulta em uma melhor vaporização desses agregados do que da água pura. Evidentemente, isso resulta em mais remoção de água do substrato dentinário quando aguardado o tempo clínico adequado de evaporação do solvente (VAN LANDUYT *et al.*, 2007).

Outro solvente orgânico, a acetona, dissolve mutuamente compostos polares e apolares, sendo assim uma boa escolha para sistemas adesivos que combinam componentes hidrofóbicos e hidrofílicos. Seu ponto de ebulição é 56,2°C e apresenta pressão de vapor (200 mmHg, a 25°C) aproximadamente quatro vezes maior que a do etanol, sendo sua principal vantagem. Devido à sua facilidade de remover a água da dentina condicionada e umedecida, a acetona é chamada de *water-chasing* (JACOBSEN; SÖDERHOLM, 1995). No entanto, a sua elevada volatilização pode também reduzir a vida útil dos sistemas adesivos, caso haja evaporação precoce e inadvertida. A acetona é frequentemente utilizada como um solvente isolado, mas pode ter um cossolvente como a água, formando assim uma mistura azeotrópica. A acetona, por si só, não é capaz de expandir novamente as fibrilas de colágeno, devendo os sistemas adesivos que a contém serem aplicados em dentina desmineralizada e úmida (CARVALHO *et al.*, 1996; LOPES *et al.*, 2006).

Especificamente em relação aos sistemas adesivos utilizados no presente estudo, a água e o etanol correspondem a 30% do volume do adesivo Single Bond; e, a acetona, a 80% do volume do adesivo Prime & Bond 2.1 (REIS *et al.*, 2003; LIMA *et al.*, 2005).

O sistema adesivo Adper Single Bond 2 contém os mesmos componentes que o Sistema Adesivo original Adper Single Bond: Bis-GMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, um inovador sistema fotoiniciador e um copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico e poliacenóico. A diferença entre ambos concentra-se na presença no primeiro de nanopartículas de sílica.

A evaporação dos solventes nos sistemas adesivos passou a receber maior atenção de pesquisadores, pois pode influenciar a adesão da resina composta à estrutura dentária, principalmente à dentina, cuja união é o ponto crítico da restauração. Dependendo do solvente, tempo e o meio em que ele foi exposto, a resistência de união pode ser prejudicada (PERDIGÃO; SWIFT; LOPES, 1999; ABATE; RODRIGUEZ; MACCHI, 2000; BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2000; PASHLEY *et al.*, 2001; CARDOSO *et al.*, 2005; LIMA *et al.*, 2005; IKEDA *et al.*, 2005; LIBÓRIO-LAGO; BEZERRA, 2009; LOGUERCIO *et al.*, 2009; GARCIA *et al.*, 2010; PONGPRUEKSA *et al.*, 2014). Além disso, mudanças nas proporções entre solvente e demais componentes do sistema adesivo, o armazenamento e o manuseio do material podem influenciar a resistência adesiva (PERDIGÃO, SWIFT e LOPES, 1999; BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2000) e as suas consequências frente à longevidade das restaurações.

Estudos (ABATE; RODRIGUEZ; MACCHI, 2000; CARDOSO *et al.*, 2005; LIMA *et al.*, 2005; GARCIA *et al.*, 2010) comprovaram que, durante a evaporação, os sistemas adesivos à base de acetona perdem mais massa do que àqueles com solventes à base de água/álcool e água. Em alguns casos, perdem em até aproximadamente 50% de sua massa (ABATE; RODRIGUEZ; MACCHI, 2000; CARDOSO *et al.*, 2005), variável conforme o tempo de abertura do frasco. Em outras situações, por exemplo, a evaporação a partir de frascos de vidro ou da própria dentina desmineralizada, a perda pode ser de 2 a 10 vezes maior do que a dos demais solventes, respectivamente (GARCIA *et al.*, 2010). Tem sido demonstrado, por meio de testes de microtração, que a elevada taxa de evaporação dos adesivos à base de acetona,

após seu uso repetido, tem efeito prejudicial sobre a resistência adesiva, diminuindo-a (PERDIGÃO; SWIFT; LOPES, 1999; BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2000).

Em contrapartida, os sistemas adesivos à base de água/álcool parecem ser menos sensíveis à evaporação (PERDIGÃO, SWIFT; LOPES, 1999; ABATE; RODRIGUEZ; MACCHI, 2000; BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2000; CARDOSO *et al.*, 2005; IKEDA *et al.*, 2005; PONGPRUEKSA *et al.*, 2014), a qual só teria efeito sobre a resistência adesiva da restauração se a perda de massa do solvente durante a manipulação clínica for superior a 50% (PONGPRUEKSA *et al.*, 2014).

É importante ressaltar que a maioria dos estudos sobre o efeito da evaporação dos solventes na interface adesiva aplicou os sistemas adesivos no substrato dentinário seguindo a recomendação dos fabricantes dos materiais, e utilizando frascos novos de materiais. Contudo, a forma de aplicação parece influenciar na resistência adesiva da restauração (CARDOSO *et al.*, 2005; LOGUERCIO *et al.*, 2009), na medida em que as interfaces resina-dentina formadas sob longos períodos de aplicação do adesivo podem ser mais estáveis com o passar do tempo, devido à possível formação de um polímero mais estável dentro da camada híbrida (CARDOSO *et al.*, 2005). Todavia, um estudo (LOGUERCIO *et al.*, 2009) revelou que os solventes parecem desempenhar um papel secundário na sua adesão imediata à dentina, quando o sistema adesivo é aplicado ativamente, isto é, esfregado com vigor sobre todo o substrato dentinário, independente da presença ou ausência de solventes ou da condição da dentina (úmida ou ressecada). Pode-se especular que talvez esses achados tenham sido devido à influência da pressão exercida durante a fricção no momento da aplicação do sistema adesivo, levando à evaporação da água do interior da dentina condicionada e/ou facilitando a penetração monomérica sob pressão. A pressão mecânica aplicada à superfície dentinária desmineralizada durante a aplicação ativa pode ter comprimido a rede de colágeno como uma esponja. Pode-se supor que à medida que a pressão foi aliviada, o colágeno comprimido expandiu-se e a solução adesiva pode ter sido puxada para dentro dessa rede de colágeno que sofreu colapso (LOGUERCIO *et al.*, 2009).

Assim, a fim de verificar a real influência da evaporação do solvente sobre a resistência adesiva de restaurações, os sistemas adesivos deveriam ser testados em

períodos diferentes de tempo de uso, de forma similar ao que ocorre durante sua manipulação e uso clínico, e não somente no momento da abertura dos frascos pela primeira vez (BELTRÃO; VEECK; PACHECO, 2000), como tem sido feito na maioria dos estudos publicados.

Percebe-se que vários fatores inerentes ao substrato e aos sistemas adesivos são importantes para o processo de adequada adesão, como suas propriedades químicas e físicas. Todavia, o cuidado no armazenamento e na forma de manipulação dos frascos dos materiais pelos profissionais, evitando-se a evaporação inadvertida dos solventes, também pode interferir no processo de adesão.

Diante do exposto, o presente trabalho objetivou avaliar a influência do uso prévio de sistemas adesivos e da possível evaporação passiva de solventes pelo tempo de abertura dos frascos, na resistência de união de sistemas adesivos à dentina.

Este trabalho foi redigido em formato de artigo científico, conforme o Regimento do Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, de acordo com as normas da revista *Operative Dentistry* (ANEXO C).

## 2. ARTIGO (VERSÃO EM PORTUGUÊS)♦

**TÍTULO: EFEITO DO USO PRÉVIO E DA ABERTURA DOS FRASCOS DE SISTEMAS ADESIVOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA**

**TÍTULO CURTO: INFLUÊNCIA DA MANIPULAÇÃO DO FRASCO DE SISTEMAS ADESIVOS NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO À DENTINA**

*Lucas Mendes Godoy<sup>1</sup>, Flavia Bittencourt Pazinato<sup>2</sup>*

<sup>1</sup>Mestrando do Programa de Pós Graduação em Clínica Odontológica, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil.

<sup>2</sup>Departamento de Prótese Dentária, Universidade Federal do Espírito Santo, Vitória, Brasil.

**Palavras-chave:** ADESIVOS DENTINÁRIOS, SOLVENTES, EVAPORAÇÃO, RESISTÊNCIA À TRAÇÃO.

\* Correspondência

Lucas Mendes Godoy

Rua José Alexandre Buaiz, nº 160, Sl. 101. Enseada do Suá, Vitória-ES, Brasil.

CEP: 29050-545

♦Artigo escrito nas normas da Revista Operative Dentistry.

## 2.1 INTRODUÇÃO

Desde a sua introdução na odontologia restauradora, os sistemas adesivos têm sido objeto de pesquisas que resultaram em avanços tecnológicos para que o clínico proporcione cada vez mais restaurações com longevidade e eficiências funcional e estética para os seus pacientes.

Todavia, ao longo dos anos, estudos têm demonstrado uma deficiência na união desses ao substrato dentinário, principalmente pela sua complexa estrutura quando submetida à técnica do condicionamento com ácido fosfórico.<sup>1</sup> Esta técnica aumenta a permeabilidade da dentina e o gradiente de fluidos para fora dos túbulos dentinários, determinando uma “adesão úmida”.<sup>2</sup> Para solucionar esse problema, o aumento da umidade dentinária, houve necessidade de dissolução dos monômeros do *primer* com solventes como a acetona e o etanol,<sup>3, 4</sup> a fim de auxiliar o molhamento do substrato e, conseqüentemente, o processo adesivo em dentina úmida.

Portanto, os solventes são substâncias imprescindíveis na composição dos adesivos dentinários, pois melhoram seu comportamento umectante e proporcionam uma penetração dos monômeros na rede de fibrilas colágenas.<sup>5</sup>

Recentemente, estudos apontaram que a evaporação inadvertida dos solventes dos sistemas adesivos pode ter uma influência negativa na resistência adesiva das restaurações de resinas compostas. Dependendo do solvente, tempo de evaporação e o meio ao qual foi exposto, a resistência de união pode ser prejudicada.<sup>6,7,8,9,10,11,12,13</sup>

O sistema adesivo Prime & Bond 2.1 (Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil) tem como solvente a acetona, e foi demonstrado ser mais sensível à perda de solvente que o sistema adesivo Single Bond (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), o qual tem como solvente água e álcool.<sup>8,10</sup> Desta forma, essa maior sensibilidade do Prime & Bond 2.1 pode resultar em sua menor capacidade de adesão.<sup>7; 8, 10</sup>

Assim, a manipulação incorreta dos frascos de adesivos, deixando-os abertos excessivamente ou mesmo pelo próprio uso do material, poderá induzir à falhas na resistência adesiva à dentina,<sup>14</sup> comprometendo a longevidade da restauração.

A literatura sugere que os sistemas adesivos devem ser testados em períodos diferentes de tempo de uso quando da manipulação clínica e não somente no momento da abertura dos frascos pela primeira vez, a fim de verificar a influência da evaporação do solvente sobre a resistência adesiva da restauração.<sup>8</sup>

Diante do exposto, o presente trabalho objetivou testar as hipóteses nulas: a) de que não há diferença nos valores de resistência adesiva à dentina dos sistemas adesivos Prime & Bond 2.1, à base de acetona e Single Bond 2, à base de água/álcool, independente da abertura dos frascos por 24 horas; b) de que não há diferença nos valores de resistência adesiva à dentina dos sistemas adesivos Prime & Bond 2.1 e Single Bond 2, independente da simulação de uso prévio dos materiais e posterior abertura dos frascos por 24 horas.

## 2.2 MATERIAL E MÉTODOS

Este estudo *in vitro*, observacional e quantitativo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Federal do Espírito Santo sob número 352.509. Dois sistemas adesivos foram utilizados: o Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE Dental Products, St Paul, MN, EUA), contendo como solventes álcool e água, e o Prime & Bond 2.1 (Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil), cujo solvente é a acetona. A tabela 1 apresenta os componentes e os fabricantes utilizados neste estudo.

**Tabela 1 - Materiais e fabricantes utilizados neste estudo**

<b>Sistemas adesivos</b>	<b>Composição</b>	<b>Fabricante</b>
Single Bond 2	BisGMA, HEMA, dimetacrilatos, etanol, água, fotoiniciador, copolímero funcional de metacrilato de ácidos poliacrílico, polialcenóico e nanopartículas de sílica	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Prime Bond 2.1	Resinas di- e trimetacrilato, PENTA, hidroxitolueno butilato, 4 etildi- metil amino benzoato, fotoiniciadores, cetilamina hidro- fluorada e acetona.	Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil

Foram utilizados 16 dentes molares humanos hígidos obtidos por meio de um banco de dentes, os quais foram incluídos em tubos de PVC (Tigre, Joinville, SC, Brasil), com resina acrílica incolor quimicamente ativada (Jet<sup>®</sup>, Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo, SP, Brasil) na proporção 1:1, tendo o devido cuidado para que apenas o terço apical fosse incluído. Após a polimerização da resina acrílica, o tubo de PVC foi fixado à máquina de corte (Isomet 1000, Buehler Lake Bluff, IL, EUA), de maneira que o dente ficasse perpendicular ao disco de corte diamantado (BUEHLER *Isomet Diamond Wafering Blades* 102 x 0.3 mm). O terço oclusal dos dentes foi seccionado transversalmente sob irrigação constante (2mm abaixo do sulco central), expondo uma superfície dentinária totalmente livre de esmalte oclusal. As superfícies dentinárias foram examinadas em microscópio (B008, Futian Dist, ShenZhen, China) com 50 x de aumento para assegurar a ausência de esmalte e, então foram abrasionadas em politriz (Ecomet 3, Buehler, Lake Buff, EUA), com lixas de carbetto de silício de granulação 600 (Norton / Saint-Gobain Abrasivos Ltda., Guarulhos, SP, Brasil) por 60 segundos sob irrigação constante, para a formação de camada de lama



dentinária padronizada. Foi mantido o devido cuidado para que as superfícies da dentina ficassem planas.

Os dentes foram aleatoriamente distribuídos em 6 grupos: grupo Prime & Bond 2.1- controle (PBC), Adper Single Bond 2 - controle (SBC), Prime & Bond 2.1 - 24 horas (PB24h), Adper Single Bond 2 - 24 horas (SB24h), Prime & Bond 2.1 - simulação (PBS), Adper Single Bond 2 - simulação (SBS). Nos grupos PBC e SBC, foram utilizados frascos lacrados dos sistemas adesivos, somente para esse teste. Nos grupos PB24h e SB24h, um frasco novo de cada sistema adesivo foi mantido aberto por 24 horas. Nos grupos PBS e SBS, um frasco novo de cada material foi utilizado para dispensar 80 gotas cada, que foram desprezadas, simulando o seu uso na rotina clínica quando da realização de 40 restaurações semanais (8 restaurações diárias), considerando o uso de 2 gotas por restauração, sendo uma gota por camada de adesivo aplicado. Nestes grupos de simulação, o período de tempo total entre abertura do frasco, dispensa da gota e fechamento do frasco foi padronizado em 10 segundos. Após este procedimento, os frascos foram deixados abertos por mais 24 horas, totalizando o tempo de 24 horas 13 minutos e 20 segundos (Tabela 1).

Foi aplicado ácido fosfórico condicionador (CONDAC 37%, Joinville, SC, Brasil) por 15 segundos sobre a dentina, sendo lavado com jatos de água/ar por 30 segundos. A remoção do excesso da água da superfície dentinária foi feita com papel absorvente (Papel Melita, Melita Celupa, Guaíba, RS, Brasil). Os sistemas adesivos foram aplicados sobre a dentina condicionada por meio de *microbrush* (KG Sorensen, São Paulo, SP, Brasil), e, então, fotopolimerizados, conforme descrição abaixo.

Em todos os grupos, o volume de sistema adesivo utilizado, para cada gota aplicada, foi padronizado em 3,5 µl, por meio de micropipeta (Pipetman, Gilson Medical Electronics S.A., França). Cada ponteira da micropipeta teve somente uma utilização, ou seja, para fazer duas aplicações sobre a dentina foram utilizadas duas ponteiros.

Quanto à utilização do sistema adesivo Prime & Bond 2.1, para a primeira camada, o material foi dispensado em um pote *dappen*, do qual foi obtida uma alíquota de 3,5 µl e aplicada passivamente sobre a dentina condicionada, sendo espalhada por todo o substrato com o auxílio de um *microbrush*. Foram aguardados 30 segundos para posterior aplicação do jato de ar à distância de 20 cm, por 15 segundos, e fotopolimerização por 10 segundos. Na segunda camada de material, foram repetidos todos os passos citados anteriormente, embora utilizando nova dispensa de gotas em outro pote *dappen* limpo, utilização de outra ponteira na

micropipeta e de um novo *microbrush*. Quanto à utilização do sistema adesivo Adper™ Single Bond 2, para a primeira camada, o material foi dispensado em um pote *dappen*, do qual foi obtida uma alíquota de 3,5 µl e aplicada ativamente sobre toda a dentina condicionada com o auxílio de um *microbrush*. Imediatamente, foi aplicada uma segunda camada de sistema adesivo, repetindo-se os passos citados acima, apenas diferindo por novo pote *dappen*, ponteira e *microbrush*. Foram aguardados 30 segundos para posterior aplicação de jato de ar à distância de 20 cm por 15 segundos, e fotopolimerização por 10 segundos.

Após o protocolo adesivo, foi inserida resina composta (Filtek Z-250, 3M ESPE Dental Products, St Paul, MN, EUA) incrementalmente até altura de 6 mm. Cada incremento de resina composta teve aproximadamente dois milímetros de espessura, sendo fotoativado por 20 segundos. A fotopolimerização foi realizada por unidade de luz do tipo LED, *Kavo Poly Wireless* (Kavo®, Joinvile, SC, Brasil), na intensidade de luz de 500 mW/cm<sup>2</sup>, tendo sido aferida por meio de um radiômetro (Demetron, Orange, CA, USA). Após os procedimentos restauradores, os dentes foram armazenados em água deionizada, em estufa a 37°C por 24 horas.

Após armazenamento, os dentes foram seccionados com disco diamantado em máquina de cortes (BUEHLER *Isomet Diamond Wafering Blades* 102x0.3 mm) em dois eixos, com a finalidade de se obter espécimes (palitos) com área de seção transversal uniforme (aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup>). Os espécimes foram afixados a um dispositivo de testes (Jig Geraldeli, Odeme, Luzerna, SC, Brasil) com o auxílio de um adesivo à base de cianocrilato (Pegamil, Anaeróbicos Brasil, São José, SC, Brasil) na máquina de ensaio universal (KRATOS, São Paulo, SP, Brasil) e submetidos ao ensaio de microtração à velocidade de 0,5 mm/min até sua fratura.

Os espécimes foram avaliados em um microscópio (B008, Futian Dist, ShenZhen, China) acoplado a um computador, em aumento de 500 x, para a determinação dos planos de fratura e sua classificação em coesiva (dentina ou resina composta), adesiva (interface adesiva) ou mista (dentina, interface adesiva e resina composta). Os valores de carga obtidos no momento da fratura e a área de secção transversal foram utilizados para o cálculo da resistência de união, expressa em MPa. Os espécimes que sofreram fratura do tipo coesiva foram descartados.

## Análise Estatística

Todos os resultados obtidos foram testados estatisticamente com o IBM SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) Statistics, versão 20.0 (IBM). O nível de significância adotado foi de 5%.

Após os testes de microtração, os valores foram apresentados em estatísticas descritivas (mediana, média e desvio-padrão) em tabela e dispostos em gráfico do tipo *box-plot*, para verificar assimetria, presença ou ausência de valores discrepantes e sua distribuição entre os grupos. Os resultados foram submetidos ao teste de normalidade (Shapiro-Wilk).

Não houve quebra da hipótese de normalidade em nenhum dos grupos.

Aplicou-se o teste ANOVA, encontrando diferenças entre grupos, e o teste de múltipla comparação (*post-hoc*) de Duncan.

### 2.3 RESULTADOS

Os resultados dos testes de ANOVA e Duncan para os grupos testados estão descritos na Tabela 2.

**Tabela 2- Resultados dos testes de ANOVA e Duncan para os grupos testados.**

<b>Sistemas Adesivos</b> \ <b>Grupos (n=20)</b>	<b>Controle</b> (MPa ± SD)	<b>24 h</b> (MPa ± SD)	<b>Simulação</b> (MPa ± SD)
<b>PB 2.1</b>	26,25 ± 3,69 <sup>b</sup>	19,21 ± 7,65 <sup>a</sup>	20,79 ± 6,66 <sup>a</sup>
<b>SB2</b>	30,05 ± 14,12 <sup>b,c</sup>	32,27 ± 7,48 <sup>c</sup>	30,14 ± 6,06 <sup>b,c</sup>

\* Letras diferentes mostram grupos estatisticamente diferentes.

Houve diferença estatisticamente significativa segundo resultado do teste ANOVA. A comparação entre grupos de mesmo sistema adesivo, pelo teste de Duncan, revelou que o grupo PBC foi estatisticamente maior do que os grupos PB24h e PBS, mas não houve nenhuma diferença estatisticamente significativa entre os grupos SBC, SB24h e SBS. O grupo PBC foi igual aos grupos SBC e SBS, sendo maior que os grupos PB24h e PBS. O grupo SB24h foi maior do que todos os grupos PB (Tabela 2).

## 2.4 DISCUSSÃO

Pesquisas recentes têm relacionado a evaporação dos solventes dos adesivos e a resistência de união ao substrato dentinário.<sup>6; 7; 8; 10; 11; 13; 15; 16; 17</sup> Alguns autores observaram que a possível evaporação dos solventes acetona e álcool/água de alguns sistemas adesivos não interferiu no desempenho da adesão.<sup>11</sup> Todavia, resultados de outros estudos revelaram uma relação negativa da possível evaporação do solvente acetona sobre a resistência adesiva à dentina.<sup>6; 8; 16</sup> No presente estudo, para se estudar o efeito da possível evaporação prévia de solventes foram mantidas constantes a temperatura ( $22^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$ ) e a umidade relativa do ar (50%), similarmente aos estudos sobre a evaporação de solventes de sistemas adesivos de frasco único onde foi avaliada a perda de massa durante 75 dias,<sup>7</sup> e por autores que consideraram a resistência adesiva.<sup>9; 11</sup>

De acordo com a análise dos resultados, observou-se que a adesão a partir de um frasco novo de PB2.1 (grupo PBC) proporcionou maiores valores de resistência adesiva à dentina quando comparado aos grupos onde o material foi deixado aberto por 24 h ou quando houve simulação de uso acrescida de 24 h de frasco aberto (grupos PB24h e PBS, respectivamente), demonstrando influência negativa na adesão devido à possível evaporação da acetona. Esses achados estão em concordância com os dados de pesquisas similares,<sup>6; 8; 10</sup> embora esses estudos tenham testado um maior número de sistemas adesivos com acetona como solvente,<sup>6; 8</sup> além da variação do tempo de abertura do frasco simulando a possível evaporação da acetona por 42 minutos,<sup>6</sup> 5 e 10 horas<sup>8</sup> e por tempo indeterminado.<sup>10</sup> Adicionalmente foram utilizados termociclagem,<sup>6</sup> além de avaliação da microinfiltração marginal,<sup>10</sup> onde a possível evaporação da acetona provavelmente diminuiu a eficácia do selamento marginal em restaurações.

Outros estudos que também utilizaram sistemas adesivos à base de acetona, por exemplo, o One-Step<sup>6; 8</sup> e o próprio Prime & Bond 2.1.<sup>7; 8; 10</sup> mostraram resultados similares de menor resistência adesiva à dentina,<sup>6; 7; 8; 10</sup> quando comparados ao grupo inicial sem a prévia evaporação dos solventes, inclusive após a simulação da manipulação clínica diária, embora não houve gasto ou dispensa de material antes de seu uso para a pesquisa.<sup>8</sup>

Convém destacar que o presente estudo não avaliou a perda de massa em si como parâmetro de evaporação, mas apenas foi considerado haver evaporação da acetona ao se deixar o frasco de sistema adesivo aberto, como é demonstrado na literatura.<sup>7; 10; 13; 17</sup> Por inferência isto influenciaria na adesão, visto que os grupos PB24h e PBS apresentaram valores de resistência

adesiva à dentina estatisticamente similares entre si, embora menores quando comparados ao grupo controle (PBC). Todavia, autores<sup>11</sup> afirmaram que a presença ou não do solvente (tanto da acetona como de álcool/água) na composição do sistema adesivo e as condições de umidade na dentina, seja ela úmida ou ressecada, não interferiram na resistência de união adesiva, quando sistemas adesivos convencionais foram aplicados ativamente, mediante fricção vigorosa do *microbrush*, sobre a superfície dentinária. Os autores justificaram seus resultados explicando que a pressão mecânica aplicada, com fricção vigorosa, sobre a superfície dentinária desmineralizada pode ter comprimido a rede de colágeno colapsada como uma esponja. Assim, supõem que, em seguida, na medida em que a pressão era aliviada, o colágeno comprimido se expandia e a solução de adesivo era atraída para dentro da rede de colágeno colapsada. Sendo assim, segundo aqueles autores, o solvente parece desempenhar um papel secundário na adesão à dentina, o que difere dos resultados encontrados na presente pesquisa e em outros dados da literatura.<sup>6; 8; 9; 10; 16; 17</sup> Essa diferença de resultados pode ser também explicada pelo fato desse estudo<sup>11</sup> ter removido todo o solvente dos sistemas adesivos antes da adesão, o que permitiu a obtenção de um polímero de ligação cruzada dentro da camada híbrida, não afetando assim o desempenho da adesão,<sup>11</sup> já que não haveria qualquer remanescente de solvente inibindo a adequada polimerização. Ademais, a fricção do sistema adesivo sobre a dentina condicionada pode, por si, ter provocado a evaporação da água contida no seu interior, devido à vibração molecular.

A despeito da possível evaporação dos solventes, o presente estudo revelou que não houve diferença estatisticamente significativa entre os grupos SBC, SB24h e SBS. Constatou-se que deixar o frasco do sistema adesivo Single Bond 2 aberto, no tempo estudado (24 horas), pareceu não influenciar a resistência adesiva à dentina.

Alguns autores<sup>13</sup> afirmaram que repetidas aberturas do frasco de sistemas adesivos que possuem como solventes álcool/água terão o desempenho clínico prejudicado somente quando mais de 50% desses solventes e dos outros componentes tiverem sido evaporados. Convém lembrar que o referido estudo<sup>13</sup> utilizou tempos de evaporação de até 90 dias com o frasco constantemente aberto, diferindo do tempo utilizado neste estudo.

O componente HEMA pode reduzir a pressão de vapor da água (23,8 mmHg, a 25°C) e, provavelmente, também do etanol (54,1 mmHg, a 25°C),<sup>21</sup> dificultando a evaporação desses solventes sob temperatura ambiente. Normalmente, o etanol é usado em conjunto com a água como cossolvente. Pelo fato das misturas água/álcool serem azeotrópicas, a formação de

pontes de hidrogênio entre as moléculas de água e o etanol dificulta a evaporação desses solventes.

Assim, deve-se atentar para o fato de que os sistemas adesivos são constituídos por vários componentes, os quais possuem suas próprias pressões de vapor.<sup>21</sup> A pressão de vapor do componente em maior proporção no sistema adesivo regula a pressão de vapor da mistura,<sup>22</sup> sendo que os solventes correspondem a 30% do volume do adesivo Single Bond e 80% do volume do adesivo Prime & Bond 2.1.<sup>10; 20</sup> Tal fato pode levar a supor uma influência do solvente na resistência adesiva. Assim, os resultados encontrados podem ser justificados pela porcentagem de cada solvente nos sistemas adesivos assim como a pressão de vapor de cada mistura.

Quando comparados os grupos de materiais de solventes diferentes, o grupo PBC revelou valores de resistência adesiva estatisticamente semelhantes aos do grupo SBC, similar aos dados da literatura,<sup>6</sup> porém diferindo de alguns estudos<sup>8, 23</sup> que encontraram, no adesivo SB, os maiores valores de resistência adesiva à dentina.

Percebe-se que, todavia, a despeito da diferença na composição química do Prime & Bond 2.1 e do Single Bond 2, estes materiais quando utilizados adequadamente (grupos controle), segundo a recomendação dos fabricantes, não revelam diferença estatisticamente significativa nos valores de adesão.

Ao serem confrontados os resultados dos grupos de diferentes sistemas adesivos deixados abertos por 24 horas, foram observados valores de resistência adesiva estatisticamente menores somente para o grupo PB24h. Do mesmo modo, observou-se que a simulação do uso, através da dispensa do material, acrescida de abertura do frasco por 24h, influenciou a diminuição da resistência adesiva para o grupo de solvente acetona.

Uma provável explicação da semelhança dos resultados do presente estudo com os de outros dados da literatura,<sup>6; 8; 10; 11</sup> é que a manipulação do frasco parece não influenciar na evaporação dos solventes de sistemas adesivos à base de água e etanol sobre a resistência adesiva.

Pode-se inferir que houve evaporação passiva do solvente acetona, influenciando negativamente a força de adesão à dentina.

Nas limitações do presente estudo, embora não tenham sido feitas análises de perda de massa ou microscopia eletrônica de varredura, sabe-se que remanescentes de água e/ou de solventes, assim como a infiltração monomérica inadequada entre as fibrilas de colágeno, interferem na polimerização da camada híbrida e de adesivo, gerando menor resistência de união à dentina.<sup>24; 25; 26</sup>

Considera-se importante a realização de mais estudos sobre a evaporação prévia e passiva dos solventes dos sistemas adesivos dentinários por diferentes períodos de tempo e não somente no momento da abertura de um frasco pela primeira vez, como observado na maioria dos estudos presentes na literatura. Além disso, pode-se sugerir aos fabricantes desses materiais, especialmente os que contenham como solvente a acetona, a modificação da forma de apresentação comercial para um frasco com dose única e descartável ou uma mudança no sistema de abertura e fechamento do frasco, assim prevenindo o esquecimento do frasco aberto e a volatilização de seu solvente.



## 2.5 CONCLUSÕES

As hipóteses nulas do presente estudo foram rejeitadas:

- a) Há diferença nos valores de resistência adesiva à dentina dos sistemas adesivos testados, independente da abertura dos frascos por 24 horas, sendo menores para os materiais à base de acetona;
- b) Há diferença nos valores de resistência adesiva à dentina dos sistemas adesivos testados, independente da simulação de uso prévio dos materiais e posterior abertura dos frascos por 24 horas, sendo menores para os materiais à base de acetona.

## 2.6 REFERÊNCIAS

1. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N & Iwaku M (1979) Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin *J Dent Res* **58(4)** 1364-1370.
2. Kanca J, 3rd (1992) Resin bonding to wet substrate. II. Bonding to enamel *Quintessence Int* **23(9)** 625-627.
3. Swift EJ, Jr., Perdigão J & Heymann HO (1995) Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995 *Quintessence Int* **26(2)** 95-110.
4. Latta MA & Naughton WT (2005) Bonding and curing considerations for incipient and hidden caries *Dent Clin North Am* **49(4)** 889-904.
5. Watanabe I, Nakabayashi N & Pashley DH (1994) Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer *J Dent Res* **73(6)** 1212-1220.
6. Perdigão J, Swift EJ, Jr. & Lopes GC (1999) Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives *Quintessence Int* **30(12)** 819-823.
7. Abate PF, Rodriguez VI & Macchi RL (2000) Evaporation of solvent in one-bottle adhesives *J Dent* **28(6)** 437-440.
8. Beltrao MCG, Veek EB & Pacheco JFM (2000) Influência da manipulação diária na resistência de união à dentina de sistemas adesivos de frasco único *Rev Odonto Ciênc* **15(29)** 7-30.
9. Cardoso PC, Loguercio AD, Vieira LCC, Baratieri NB & Reis A (2005) Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent* **7(2)** 143-149.
10. Lima FG, Moraes RR, Demarco FF, Del Pino FA & Powers J (2005) One-bottle adhesives: in vitro analysis of solvent volatilization and sealing ability *Braz Oral Res* **19(4)** 278-283.
11. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E & Reis A (2009) Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin *J Adhes Dent* **11(3)** 213-219.
12. Garcia EJ, Reis A, Arana-Correa BE, Sepulveda-Navarro WF, Higashi C, Gomes JC & Loguercio AD (2010) Reducing the incompatibility between two-step adhesives and resin composite luting cements *J Adhes Dent* **12(5)** 373-379.
13. Pongprueksa P, Miletic V, De Munck J, Brooks NR, Meersman F, Nies E, Van Meerbeek B & Van Landuyt KL (2014) Effect of evaporation on the shelf life of a universal adhesive *Oper Dent* **39(5)** 500-507.
14. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R & De Stefano Dorigo E (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface *Dent Mater* **24(1)** 90-101.

15. Pashley DH, Agee KA, Nakajima M, Tay FR, Carvalho RM, Terada RS, Harmon FJ, Lee WK & Rueggeberg FA (2001) Solvent-induced dimensional changes in EDTA-demineralized dentin matrix *J Biomed Mater Res* **56(2)** 273-281.
16. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2005) Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture *Dent Mater* **21(11)** 1051-1058.
17. Liborio-Lago CC & Bezerra RB (2009) Influência do tempo de abertura dos frascos de sistemas adesivos na microinfiltração marginal em restaurações de resina composta *Ci méd biol* **8(2)** 162-170.
18. Vicente A, Mena A, Ortiz AJ & Bravo LA (2009) Water and saliva contamination effect on shear bond strength of brackets bonded with a moisture-tolerant light cure system *Angle Orthod* **79(1)** 127-132.
19. Chang SW, Cho BH, Lim RY, Kyung SH, Park DS, Oh TS & Yoo HM (2010) Effects of blood contamination on microtensile bond strength to dentin of three self-etch adhesives *Oper Dent* **35(3)** 330-336.
20. Reis AF, Oliveira MT, Giannini M, De Goes MF & Rueggeberg FA (2003) The effect of organic solvents on one-bottle adhesives' bond strength to enamel and dentin *Oper Dent* **28(6)** 700-706.
21. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2007) Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives *Biomaterials* **28(26)** 3757-3785.
22. Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Jr. Marquezini L, Silva SMA & Kussmaul APM (1998) Adesivos dentinários: fundamentos para aplicação clínica *Rev Dent Rest* 62-96.
23. Pazinato FB & Atta MT (2008) Influence of differently oriented dentin surfaces and the regional variation of specimens on adhesive layer thickness and bond strength *J Esthet Restor Dent* **20(2)** 119-128.
24. Jacobsen T & Soderholm KJ (1995) Some effects of water on dentin bonding *Dent Mater* **11(2)** 132-136.
25. Moodley D & Grobler SR (2002) Dentine bonding agents--a review of adhesion to dentine *SADJ* **57(6)** 234-238.
26. Tay FR, Pashley DH & Yoshiyama M (2002) Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives *J Dent Res* **81(7)** 472-476.

### 3. REFERÊNCIAS GERAIS

ABATE, P. F.; RODRIGUEZ, V. I.; MACCHI R. L. Evaporation of solvent in one-bottle adhesives. **J. Dent.**, v. 28, n. 6, p. 437-440, 2000.

ANDRADE, O.S.; KINA, S.; HIRATA, R. Sistemas adesivos: aplicação clínica e conceitos atuais. In: DIB, L.L.; SADDY, M.S. **Atualização clínica em odontologia**. São Paulo: Artes Médicas, 2006. sec.3, p. 341-356.

BARATIERI, L. N. et al. Cimentação adesiva. In: \_\_\_\_\_. **Odontologia restauradora: fundamentos e técnicas**. São Paulo: Santos, 2010, v. 2, cap. 25, p. 257-579.

BELTRÃO, M. C. G., VEECK, E. B., PACHECO, J. F. M., Influência da manipulação diária na resistência de união à dentina de sistemas adesivos de frasco único. **J Dent Sci**, v. 15, n. 29, p. 7-30, 2000.

CARDOSO P. C. et al. Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. **J Adhes Dent**, v. 7, n. 2, p. 143-149, 2005.

CARVALHO R. M. et al. Dimensional changes of demineralized human dentine during preparation for scanning electron microscopy. **Arch. Oral. Biol.**, v. 41, n. 4, p. 379-386, 1996.

CARVALHO R. M. et al. Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. **J. Dent. Res.**, v. 82, n. 8, p. 597-601, 2003.

CRAIG, R. G.; POWERS, J. M. Adesão aos substratos dentários. In: \_\_\_\_\_. **Materiais dentários restauradores**. 11ª Edição. São Paulo: Santos Editora, 2006, cap. 10, p. 259-285.

ERICKSON, R. L. Surface interactions of dentin adhesive materials. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 5, p. 81-94, 1992, Suppl.

FERRARI, M. et al. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. **Eur. J Oral. Sci.**, v. 110, n. 5, p. 385-391, 2002.

GARCIA, F. C. et al. Influences of surface and solvent on retention of HEMA/mixture components after evaporation. **J. Dent.**, v. 38, n. 1, p. 44-49, Jan 2010.

IKEDA, T., et al. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. **Dent. Mater.**, v. 21, n. 11, p. 1051-1058, 2005.

JACOBSEN T.; SÖDERHOLM K. J. Some effects of water on dentin bonding. **Dent. Mater.**, v. 11, n. 2, P. 132-136, 1995.

JUNQUEIRA, L. C.; CARNEIRO, J. O trato digestivo. In: \_\_\_\_\_. **Histologia básica**. Rio de Janeiro, 2008. Cap. 15, p. 283-316.

LIBÓRIO-LAGO, C. C.; BEZERRA, R. B. Influência do tempo de abertura dos frascos de sistemas adesivos na microinfiltração marginal em restaurações de resina composta. **R. Ci. méd. biol.**, v. 8, n. 2, p. 162-170, 2009.

LIMA, F. G. et al. One-bottle adhesives: in vitro analysis of solvent volatilization and sealing ability. **Braz. Oral. Res.**, v. 19, n. 4, p. 278-283, 2005.

LOGUERCIO, A. D. et al. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin. **J Adhes. Dent.**, v. 11, n. 3, p. 213-219, 2009.

LOPES, G. C. et al. Shear bond strength of acetone-based one-bottle adhesive systems. **Braz. Dent. J.**, v. 17, n. 1, p. 39-43, 2006.

MANDARINO, F. et al. **Amálgama adesivo**. Web masters do laboratório de pesquisa em endodontia. São Paulo: FORP/USP, 2003.

MOODLEY D.; GROBLER S. R. Dentine bonding agents--a review of adhesion to dentine. **SADJ.**, v. 57, n. 6, p. 234-23, 2002.

MOSZNER N.; SALZ U.; ZIMMERMANN J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. **Dent. Mater.**, v. 21, n. 10, p. 895-910, 2005.

NAKABAYASHI, N.; KOJIMA, K.; MASUHARA, E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. **J. Biomed. Mater. Res.**, v. 16, n. 3, p. 265-273, 1982.

NAKAJIMA, M. et al. Dimensional changes and ultimate tensile strengths of wet decalcified dentin applied with one-bottle adhesives. **Dent. Mater.**, v. 18, n. 8, p. 603-608, 2002.

NAKAOKI, Y. et al. Dimensional changes of demineralized dentin treated with HEMA primers. **Dent. Mater.**, v. 16, n. 6, p. 441-446, 2000.

NORLING, B. J. Adesão. In: ANUSAVICE, K. J. Phillips: **Materiais dentários**. 11ª Edição. Rio de Janeiro: Elsevier, 2005, cap. 14, p. 357-373.

PASHLEY, E. L. 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. The microtensile bond test: a review. **J. Adhes. Dent.**, v. 1, n. 4, p. 299-309, 1999.

PASHLEY, D. H. et al. Solvent-induced dimensional changes in EDTA-demineralized dentin matrix. **J. Biomed. Mater. Res.**, v. 56, n. 2, p. 273-281, 2001.

PERDIGAO, J.; SWIFT, E. J., JR.; LOPES, G. C. Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives. **Quintessence Int.**, v. 30, n. 12, p. 819-823, 1999.

PERDIGÃO, J.; RITTER, A. V. Adesão aos tecidos dentários. In: BARATIERI, L. N. et al. **Odontologia restauradora: fundamentos e possibilidades**. São Paulo, 2001. cap. 4, p. 85-128.

PONGPRUEKSA, P. et al. Effect of Evaporation on the Shelf Life of a Universal Adhesive. **Oper. Dent.**, v. 39, n. 5, p. 500-507, 2014.

REIS, A. F. et al. The effect of organic solvents on one-bottle adhesives bond strength to enamel and dentin. **Oper. Dent.**, v. 28, n. 6, p. 700-706, 2003.

REIS, A. et al. Sistemas Adesivos. In: REIS, A. LOGUERCIO, A. D. **Materiais dentários diretos: dos fundamentos à aplicação clínica**. São Paulo, 2009, cap.6, p. 181-216.

SANO, H. et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength: evaluation of a micro-tensile bond test. **Dent. Mater.**, v. 10, n. 4, p. 236-240, 1994.

TAY, F. R.; GWINNETT, J. A.; WEI, S. H. Relation between water content in acetone/alcohol-based primer and interfacial ultrastructure. **J. Dent.**, v. 26, n. 2, p. 147-156, 1998.

TAY, F. R.; PASHLEY, D. H.; YOSHIYAMA, M. Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. **J. Dent. Res.**, v. 81, n. 7, p. 472-476, 2002.

TEN CATE, A. R. Histologia bucal: desenvolvimento, estrutura e função. In \_\_\_\_\_. A. R. **Complexo Dentina-Polpa**. 5ª Edição. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan S.A., 2001. p. 143-185.

VAN LANDUYT, K. L. et al. Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. **J. Dent. Res.**, v. 86, n. 8, p. 739-744, 2007.

WATANABE, I.; NAKABAYASHI, N.; PASHLEY, D. H. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. **J. Dent. Res.**, v. 73, n. 6, p. 1212-1220, 1994.

## APÊNDICE



**TITLE:** Effect of use and previous passive evaporation of solvent of adhesive systems on dentin bond strength

**SHORT TITLE:** Influence of evaporation of solvent of the adhesive on dentin bond strength

*Lucas Mendes Godoy<sup>1</sup>, Flavia Bittencourt Pazinato<sup>2</sup>*

<sup>1</sup> Postgraduate Program in Dental Clinic, Dental School, Federal University of Espírito Santo - Brazil

<sup>2</sup> Department of Dental Prosthesis, Dental School, Federal University of Espírito Santo - Brazil

**KEYWORDS:** Dentin-bonding agents; Solvents; Evaporation; Tensile strength.

\* Correspondence to:

Lucas Mendes Godoy

Rua José Alexandre Buaiz, 160, Ed. London Office Tower, sala 101, Enseada do Suá, Brazil, Vitória, ES – CEP: 29055221.

E-mail: lucgodoy@gmail.com

Phone: (55) 27 3315-5742

Celular: (55) 27 99839-8670

## ***INTRODUCTION***

Since their introduction in the restorative dentistry, the adhesive systems have been the subject of research that resulted in technological advances in order to aid the practitioner provides functional, esthetic and longer longevity restorations for patients.

Nonetheless, over the years studies have shown a deficiency of adhesive systems in bonding to dentin substrate, mainly due to its complex structure when subjected to etching with phosphoric acid.<sup>1</sup> This technique increases the dentin permeability and the fluid gradient outside to dentin tubules, determining a “wet bonding”.<sup>2</sup> In order to solve this problem, there was need for dissolution of primers monomers with solvents such as acetone and alcohol,<sup>3,4</sup> so that to aid the wetting of substrate and consequently the bonding process in wet dentin.

Therefore, solvents are essential substances in the dentin adhesives composition, as they improve the wetting behavior and provide penetration of monomers into the collagen fibrils network.<sup>5</sup>

Currently, studies have indicated that the improper evaporation of the solvents of adhesive systems may have a negative influence on bond strength of composite resin restorations. Depending on the solvent, evaporation time, and medium to which it was exposed, the bond strength may be impaired.<sup>6-13</sup>

The Prime & Bond 2.1 (Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brasil) adhesive system has acetone as solvent and has shown to be more sensitive to solvent loss than the Single Bond (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) adhesive system, which has water and alcohol as solvents.<sup>8, 10</sup> Thus, this higher sensibility of Prime & Bond 2.1 can result in its lower bonding effectiveness.<sup>7; 8, 10</sup>

Thus, the improper handling of adhesive bottles, keeping them open for long time or even by while using them, may lead to failures in dentin bond strength,<sup>14</sup> compromising the longevity of the restoration.

The literature suggests that the adhesive systems should be tested in different time periods of use on clinical handling and not only on the first opening bottles, in order to verify the influence of evaporation of solvent on the restoration bond strength.<sup>8</sup>

Therefore, the present study aimed at testing the following null hypothesis: a) there are no differences in the values of dentin bond strength of Prime & Bond 2.1 (acetone-based) and Single Bond 2 (alcohol/water) adhesive systems, irrespective of opening bottles for 24 hours; b) there is no difference in the values of dentin bond strength of Prime & Bond 2.1 and Single Bond 2, regardless the simulation of their previous use and subsequent opening bottles for 24 hours.

## ***MATERIAL AND METHODS***

This in vitro, observational and quantitative study was approved by the Research Ethics Committee at the Federal University of Espírito Santo under protocol number 352.509. Two adhesive systems were used: Adper™ Single Bond 2 (3M ESPE Dental Products, St Paul, MN, USA), containing alcohol and water as the solvent, and Prime & Bond 2.1 (Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brazil), whose solvent is acetone. The table 1 lists the components and the manufactures used in this study.

**Table 2- materials and manufactures used in this study**

<b>Adhesive systems</b>	<b>Composition</b>	<b>Manufacturer</b>
Single Bond 2	Adhesive–Bis-GMA, HEMA, dimethacrylates, polyalkenoic acid copolymer, initiators, water and ethanol	3M ESPE, St Paul, MN, USA
Prime Bond 2.1	Adhesive–UDMA, PENTA, Bis-GMA, butylated hydroxytoluene, 4-ethyl dimethyl aminobenzoate, cetylamine hydrofluoride, initiator and acetone	Dentsply Indústria e Comércio Ltda., Petrópolis, RJ, Brazil

Sixteen sound human molar were used and collected from the tooth bank. These teeth were embedded in PVC tubes (Tigre, Joinville, SC, Brazil), with chemically active clear acrylic resin (Jet<sup>®</sup>, Artigos Odontológicos Clássico Ltda, São Paulo, SP, Brazil) at a ratio of 1:1, taking care to only include the apical third. After the curing of the acrylic resin, the PVC tube was fixed to a cutting machine (Isomet 1000, Buehler Lake Bluff, IL, EUA), so that the teeth were perpendicular to the diamond blades (BUEHLER *Isomet Diamond Wafering Blades* 102 x 0.3 mm). The occlusal third of each tooth was cross-sectioned under abundant irrigation (2 mm under the central sulcus), exposing the dentin surface fully free of occlusal enamel. The dentin surface was examined under a light microscope coupled to a personal computer (B008, FutianDist, ShenZhen, China) at 50x magnification in order to assure absence of enamel and, then they were abraded in a polishing machine (Ecomet 3, Buehler, Lake Buff, EUA), with 600-grit silicon carbide sandpaper (Norton/Saint-Gobain Abrasivos Ltda., Guarulhos, SP, Brazil) for 60 seconds under constant irrigation to achieve a standardized smear layer. Care was taken to maintain the dentin surface flat.

The teeth were randomly distributed into 6 groups: Prime & Bond 2.1 control (PBC), Adper Single Bond 2 control (SBC), Prime & Bond 2.1 24 hours (PB24h), Adper Single Bond 2 24 hours (SB24h), Prime & Bond 2.1 simulation (PBS), Adper Single Bond 2 simulation (SBS). In the PBC and SBC groups, closed bottles of the adhesive system were used only for this testing. In the PB24h and SB24h groups, a new bottle of each adhesive system was kept open for 24 hours. In the PBS and SBS groups, 80 drops from a new bottle of each adhesive system were used and then discarded, simulating clinical practice, i.e., to perform 40 restorations a week (8 restorations/daily), considering 2 drops for each restoration, one drop for each coating of adhesive. In these simulation groups the total time from opening bottle, releasing drop and closing the bottle was standardized at 10 seconds. After this procedure, the bottle was kept open for another 24 hours, totaling 24 hours, 13 minutes and 20 seconds.

Phosphoric acid etchant was applied (CONDAC 37%, Joinville, SC, Brazil) for 15 seconds on dentin, and then washed with water/air spray for 30 seconds. The removal of the excess of water from the dentin surface was performed with absorbent paper (Papel Melita, Melita Celupa, Guaíba, RS, Brazil). The adhesive systems were applied on the etched dentin using a microbrush (KG Sorensen, São Paulo, SP, Brazil), and then were light-cured as described below.

In all groups, the volume of adhesive system used, for each drop, was standardized at 3.5  $\mu$ l using a micropipette (Pipetman, Gilson Medical Electronics S.A., France). Each tip of micropipette was used only once, i.e., two tips were used to perform two applications on dentin.

For the first layer of coating, the Prime & Bond 2.1 adhesive system was placed in a glass container, from which one aliquot of 3.5 $\mu$ l was obtained and passively applied on the etched dentin and spread on the whole substrate with aid of a microbrush, and 30 seconds was allowed for posterior application of air spray at a distance of 20 cm for 15 seconds, and light-cured for 10 seconds. When applying the second layer of coating, all the previously mentioned steps were repeated, even though using new delivery of drops into another clean glass container using another micropipette tip and a new microbrush. For the first layer of coating, the Adper™ Single Bond 2 adhesive system was placed in a glass container, from which one aliquot of 3.5 $\mu$ l was obtained and actively rubbed on the whole etched dentin with aid of a microbrush. Immediately, a second layer of coating was applied repeating the steps above mentioned, differing only by using a new glass container, tip and microbrush. After 30

seconds, air spray was applied at a distance of 20 cm for 15 seconds and the dentin was light-cured for 10 seconds.

After the adhesive protocol, the resin composite (Filtek Z-250, 3M ESPE Dental Products, St Paul, MN, EUA) was incrementally inserted up to 6 mm of height. Each increment of resin composite was approximately 2 mm thick, which was light-cured for 20 seconds. The curing was performed by a LED activator Kavo Poly Wireless (Kavo®, Joinville, SC, Brazil) and light intensity of  $500 \text{ mW/cm}^2$ , which was measured using a radiometer (Demetron, Orange, CA, USA). After the restorative procedures, the teeth were stored in deionized water in an oven at  $37^\circ\text{C}$  for 24 hours.

Then the teeth were sectioned with a diamond disk (BUEHLER *Isomet Diamond Wafering Blades* 102x0.3 mm) in a two-axis cutting machine to obtain a specimen (stick) with uniform cross-section area ( $\approx 0.8 \text{ mm}^2$ ). The specimens were fixed on a testing device (Jig Geraldeli, Odeme, Luzerna, SC, Brazil) with aid of a cyanoacrylate-based adhesive (Pegamil, Anaeróbicos Brazil, São José, SC, Brazil) placed in a universal testing machine (KRATOS, São Paulo, SP, Brazil) and subjected to a microtensile test at crosshead speed of 0,5 mm/min until fracture.

The specimens were evaluated under a microscope (B008, Futian Dist, Shen Zhen, China) coupled to a personal computer at magnification of 500x to determine the failure planes and to classify them into cohesive (dentin or composite resin), adhesive (adhesive interface) or mixed (dentin, adhesive interface and composite resin). The load values obtained on fracture and cross-section area were used to calculate bond strength, expressed in MPa. The specimens with cohesive failure were discarded.

#### Statistical Analysis

All results obtained were statistically tested with the IBM SPSS (*Statistical Package for the Social Sciences*) Statistics, version 20.0 (IBM). A 5% significance level was used.

Following the microtensile test the values were presented in descriptive statistics (median, mean and standard-deviation) using tables and arranged in a box-plot graphic to verify asymmetry, presence or absence of discrepant values and their distribution among the groups. The results were subjected to the normality test (Shapiro-Wilk).

There was no break in the normality hypothesis in any group.

The ANOVA test was applied and it was found difference among the groups, and the Duncan *post-hoc* multi-comparison test was also applied.

## RESULTS

The results of the ANOVA and Duncan tests for the groups tested are described in table 2.

Table 2- Results of the ANOVA and Duncan tests for groups tested.

<b>Adhesive systems</b> / <b>Groups (n=20)</b>	<b>Control</b> (MPa ± SD)	<b>24 h</b> (MPa ± SD)	<b>Simulation</b> (MPa ± SD)
<b>PB 2.1</b>	26.25 ± 3.69 <sup>b</sup>	19.21 ± 7.65 <sup>a</sup>	20.79 ± 6.66 <sup>a</sup>
<b>SB2</b>	30.05 ± 14.12 <sup>b,c</sup>	32.27 ± 7.48 <sup>c</sup>	30.14 ± 6.06 <sup>b,c</sup>

\* Different letters show statistically different groups.

It was found statistically significant difference according to the ANOVA test. The comparison among the groups of the same adhesive system through Duncan's test showed that the PBC group was statistically higher than the PB24h and PBS groups, but there was no statistically significant difference between SBC, SB24h and SBS groups. The groups PBC was similar to the SBC and SBS groups and higher than the PB24h and PBS groups. The SB24h group was higher than all PB groups (Table 2)



## DISCUSSION

Current research has related the adhesive solvent evaporation with the dentin substrate bond strength.<sup>6; 7; 8, 10, 11; 13, 15-17</sup> Some authors have noted that possible evaporation of acetone and water/alcohol solvents from some adhesive systems did not interfere with performance of bond.<sup>11</sup> However, results from other studies have shown a negative relationship between possible evaporation of acetone and dentin bond strength.<sup>6; 8; 16</sup> In the present study, in order to study the effect of possible previous evaporation of solvents were kept constant the temperature ( $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ) and relative air humidity (50%), similarly to studies on solvent evaporation of one-bottle adhesive systems conducted by authors who evaluated mass loss for 75 days,<sup>7</sup> and by other authors who have considered the bond strength.<sup>9; 11</sup>

Based on the analyses of the results, it was observed that adhesion from one fresh bottle of PB2.1 (PBC group) provided higher dentin bond strength values than the groups in which the material was kept open for 24 hours or when there was simulation using a bottle that had been open for more than 24 hours (PB24h and PBS groups, respectively), showing negative influence on adhesion probably due to acetone evaporation. These findings are in accordance with the data from a similar research,<sup>6; 8; 10</sup> although these studies differed from the present study for using more adhesive systems with acetone,<sup>6; 8</sup> for variation of time of opening bottle simulating the possible evaporation of acetone for 42 minutes,<sup>6</sup> 5 and 10 hours<sup>8</sup> and undetermined time.<sup>10</sup> Additionally, the thermocycling<sup>6</sup> and evaluation of marginal microleakage<sup>10</sup> were used, in which the possible acetone evaporation probably reduced the effectiveness of restoration marginal seal.

Other studies also used acetone-based adhesive systems, such as One-Step<sup>6; 8</sup> and Prime & Bond 2.1<sup>7; 8; 10</sup> showed similar results of lower dentin bond strength,<sup>6; 7; 8; 10</sup> when compared with the initial group without previous solvent evaporation, including after simulation of daily clinical handling, even though there was no wear or discharge of material before its use for research.<sup>8</sup>

It is must be emphasized that the present study did not assess the mass loss as an evaporation parameter, but only it was assumed that acetone evaporation occurs when the bottle of adhesive system is left open, as shown in the literature.<sup>7; 10; 13; 17</sup> It may be inferred that it would influence on the adhesion, since the PB24h and PBS groups showed statistically similar dentin bond strength values, although they showed lower values than the control group (PBC). However, some authors<sup>11</sup> have stated that the presence or lack of solvents (both the

acetone and the alcohol/water) in the composition of the adhesive system and the conditions of humidity of dentin, whether wet or dry, did not interfere on bond strength when the conventional adhesive systems were actively rubbed on dentin surface through vigorous friction of microbrush. The authors have justified their findings explaining that the mechanical pressure applied to the demineralized dentin surface during vigorous rubbing action might have compressed the collapsed collagen network like a sponge. Thus, it could be hypothesized that as the pressure was relieved the compressed collagen expanded and the adhesive solution might have been drawn into the collapsed collagen mesh. Thus, according to those authors, the solvent seems play a secondary role on dentin adhesion,<sup>11</sup> which differs from the results found in the present research and in other data in the literature.<sup>6; 8; 9; 10; 16; 17</sup> This difference of results may also be explained by fact this study<sup>11</sup> have removed all solvent of the adhesive system before the adhesion, which did allow to obtain a cross-linking polymer inside the hybrid layer, thus did not affect the performance of adhesion<sup>11</sup>, since there would be no remaining solvent inhibiting the adequate curing. Moreover, the friction of the adhesive system onto etched dentin may itself have caused the evaporation of water trapped therein due to molecular vibration.

In spite of possible evaporation of solvents, the present study showed that there was no statistically significant difference between the SBC, SB24h and SBS groups. It was found that keeping the bottle of Single Bond 2 adhesive system open during the time studied (24 hours) seems have had no influence on dentin bond strength.

Some authors<sup>13</sup> have stated that repeated openings of the bottle of adhesive systems containing alcohol/water as solvents will only impair clinical performance when over than 50% of these solvents and other components have been evaporated. It is must be pointed out that the referred study<sup>13</sup> used evaporation times up to 90 days using a bottle constantly open, differing of the time used in the present study.

The HEMA component can reduce the vapor pressure of water (23,8 mmHg, at 25°C) and probably the vapor pressure of ethanol (54,1 mmHg, at 25°C),<sup>21</sup> making difficult the evaporation of these solvents under room temperature. Usually, ethanol is used in combination with water as co-solvent. Due to the alcohol/water mixtures are known to be azeotropes, the formation of hydrogen bonds between water and ethanol molecules makes difficult the evaporation of these solvents.

Thus, one should note that the adhesive systems are composed of various components have their own vapor pressures.<sup>21</sup> The vapor pressure of the component in higher proportion in the adhesive system regulates the vapor pressure of the mixture,<sup>22</sup> being that the solvents correspond to 30% of the volume of the Single Bond adhesive and 80% of the volume of Prime & Bond 2.1 adhesive.<sup>10; 20</sup> This may influence the bond strength of the solvent. Perhaps the results are substantial due to the percentage of each solvent in the adhesive systems as well as the vapor pressure of each mixture.

When the different solvent materials were compared, the PBC group showed statistically similar bond strength values to the SBC group, which is in concordance with the literature,<sup>6</sup> however differing from some studies<sup>8, 23</sup> which found higher dentin bond strength values for the SB adhesive.

It is noticed, however, in spite of the difference in the chemical composition of Prime & Bond 2.1 and Single Bond 2 adhesives, when properly used (control groups) following the manufactures recommendation, these materials show no statistically significant difference in bond values.

When the results of different adhesive systems kept open for 24 hours are confronted, statistically lower bond strength values were found only for the PB24h group. Similarly, it was found that the simulation of use through dispense of material, in addition to open the bottle for 24 hours influenced the decrease of bond strength for the acetone solvent group.

One possible explanation for the similarity of results from the present study with the others from the literature<sup>6; 8; 10; 11</sup> is that the handling of bottle seem to have no influence in the evaporation of the water- and ethanol-based adhesive systems on bond strength. It could be inferred that there was passive evaporation of the acetone solvent, influencing negatively the dentin bond strength.

Within the limitations the present study, although mass loss analyses or scanning electron microscopy have not been performed, it is known that remaining water and/or solvents as well as improper monomeric infiltration into the collagen fibrils network interfere in the curing of the hybrid layer and adhesive, leading to lower dentin bond strength.<sup>24; 25; 26</sup>

It is emphasized that further studies need to be carried out on previous and passive evaporation of solvents from dentin adhesive systems for different time intervals and not only when first opening the bottle, as noted in most of studies available in the literature. Moreover,

it could be suggested to the manufactures of these materials, particularly those containing acetone as solvent, the modification of market presentation form for a bottle with single and disposable drop or a change in the opening and closure system of the bottle, thus avoiding forgetting the open bottle and evaporation of its solvent.

## *CONCLUSION*

The nulls hypotheses of the present study were rejected:

- a) There is difference in values of dentin bond strength of the adhesive systems tested, regardless of opening the bottles for 24 hours, which were lowers for the based-acetone materials;
- b) There is difference in values of dentin bond strength of the adhesive systems tested, regardless of use simulation of the materials and subsequent opening the bottles for 24 hours, which were lowers for the acetone-based materials.

## REFERENCES

1. Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N & Iwaku M (1979) Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin *J Dent Res* **58(4)** 1364-1370.
2. Kanca J, 3rd (1992) Resin bonding to wet substrate. II. Bonding to enamel *Quintessence Int* **23(9)** 625-627.
3. Swift EJ, Jr., Perdigao J & Heymann HO (1995) Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995 *Quintessence Int* **26(2)** 95-110.
4. Latta MA & Naughton WT (2005) Bonding and curing considerations for incipient and hidden caries *Dent Clin North Am* **49(4)** 889-904.
5. Watanabe I, Nakabayashi N & Pashley DH (1994) Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer *J Dent Res* **73(6)** 1212-1220.
6. Perdigao J, Swift EJ, Jr. & Lopes GC (1999) Effects of repeated use on bond strengths of one-bottle adhesives *Quintessence Int* **30(12)** 819-823.
7. Abate PF, Rodriguez VI & Macchi RL (2000) Evaporation of solvent in one-bottle adhesives *J Dent* **28(6)** 437-440.
8. Beltrao MCG, Veek EB & Pacheco JFM (2000) Influência da manipulação diária na resistência de união à dentina de sistemas adesivos de frasco único *Rev Odonto Ciênc* **15(29)** 7-30.
9. Cardoso PC, Loguercio AD, Vieira LCC, Baratieri NB & Reis A (2005) Effect of prolonged application times on resin-dentin bond strengths. *J Adhes Dent* **7(2)** 143-149.
10. Lima FG, Moraes RR, Demarco FF, Del Pino FA & Powers J (2005) One-bottle adhesives: in vitro analysis of solvent volatilization and sealing ability *Braz Oral Res* **19(4)** 278-283.
11. Loguercio AD, Loeblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E & Reis A (2009) Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on bond strengths to dry and wet dentin *J Adhes Dent* **11(3)** 213-219.

12. Garcia EJ, Reis A, Arana-Correa BE, Sepulveda-Navarro WF, Higashi C, Gomes JC & Loguercio AD (2010) Reducing the incompatibility between two-step adhesives and resin composite luting cements *J Adhes Dent* **12(5)** 373-379.
13. Pongprueksa P, Miletic V, De Munck J, Brooks NR, Meersman F, Nies E, Van Meerbeek B & Van Landuyt KL (2014) Effect of evaporation on the shelf life of a universal adhesive *Oper Dent* **39(5)** 500-507.
14. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R & De Stefano Dorigo E (2008) Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface *Dent Mater* **24(1)** 90-101.
15. Pashley DH, Agee KA, Nakajima M, Tay FR, Carvalho RM, Terada RS, Harmon FJ, Lee WK & Rueggeberg FA (2001) Solvent-induced dimensional changes in EDTA-demineralized dentin matrix *J Biomed Mater Res* **56(2)** 273-281.
16. Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2005) Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture *Dent Mater* **21(11)** 1051-1058.
17. Liborio-Lago CC & Bezerra RB (2009) Influência do tempo de abertura dos frascos de sistemas adesivos na microinfiltração marginal em restaurações de resina composta *Ci méd biol* **8(2)** 162-170.
18. Vicente A, Mena A, Ortiz AJ & Bravo LA (2009) Water and saliva contamination effect on shear bond strength of brackets bonded with a moisture-tolerant light cure system *Angle Orthod* **79(1)** 127-132.
19. Chang SW, Cho BH, Lim RY, Kyung SH, Park DS, Oh TS & Yoo HM (2010) Effects of blood contamination on microtensile bond strength to dentin of three self-etch adhesives *Oper Dent* **35(3)** 330-336.
20. Reis AF, Oliveira MT, Giannini M, De Goes MF & Rueggeberg FA (2003) The effect of organic solvents on one-bottle adhesives' bond strength to enamel and dentin *Oper Dent* **28(6)** 700-706.
21. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2007) Systematic review of

- the chemical composition of contemporary dental adhesives *Biomaterials* **28(26)** 3757-3785.
22. Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Jr. Marquezini L, Silva SMA & Kussmaul APM (1998) Adesivos dentinários: fundamentos para aplicação clínica *Rev Dent Rest* 62-96.
  23. Pazinato FB & Atta MT (2008) Influence of differently oriented dentin surfaces and the regional variation of specimens on adhesive layer thickness and bond strength *J Esthet Restor Dent* **20(2)** 119-128.
  24. Jacobsen T & Soderholm KJ (1995) Some effects of water on dentin bonding *Dent Mater* **11(2)** 132-136.
  25. Moodley D & Grobler SR (2002) Dentine bonding agents--a review of adhesion to dentine *SADJ* **57(6)** 234-238.
  26. Tay FR, Pashley DH & Yoshiyama M (2002) Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives *J Dent Res* **81(7)** 472-476.



**APÊNDICE B– INSTRUMENTO DE COLETA DE DADOS**

Nome do Grupo: \_\_\_\_\_

Palito	A1mm	A2mm	mm <sup>2</sup>	N	MPa	Fratura	Colagem
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							
13							
14							
15							
16							
17							
18							
19							
20							
21							
22							
23							
24							
25							
26							
27							
28							
29							
30							

## **ANEXO**

## ANEXO A- CARTA DE APROVAÇÃO DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

CENTRO DE CIÊNCIAS DA  
SAÚDE/UFES



### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

**Título da Pesquisa:** EFEITO DA EVAPORAÇÃO PASSIVA DE SOLVENTES PREVIAMENTE À ADESÃO DE RESINA COMPOSTA À DENTINA: ESTUDO IN VITRO

**Pesquisador:** FLAVIA BITTENCOURT PAZINATTO

**Área Temática:**

**Versão:** 1

**CAAE:** 18531913.8.0000.5060

**Instituição Proponente:** Centro de Ciências da Saúde

**Patrocinador Principal:** Financiamento Próprio

#### DADOS DO PARECER

**Número do Parecer:** 352.509

**Data da Relatoria:** 07/08/2013

#### Apresentação do Projeto:

- Trata-se de um estudo in vitro, com os adesivos dentinários Adper Single Bond 2 e o Prime & Bond 2.1, utilizados em restaurações dentais;
- Serão utilizados 40 dentes molares humanos hígidos, provenientes do Banco de Dentes das Faculdades Integradas São Pedro;
- Os dentes serão seccionados transversalmente em máquina de cortes. As superfícies dentinárias da parede pulpar serão abrasionadas manualmente em lixas de carbetto de silício de número 600 por 60 segundos, para a formação de camada de lama dentinária padronizada;
- Os dentes serão distribuídos aleatoriamente em quatro grupos. Os grupos 1 e 3 serão restaurados com resina Z250 após a utilização dos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e o Prime & Bond 2.1 sem evaporação prévia dos solventes etanol/água e acetona, respectivamente. Os grupos 2 e 4 serão restaurados com resina composta Z250 após a utilização dos sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e o Prime & Bond 2.1, com evaporação prévia dos solventes;
- Os espécimes, com aproximadamente 0,8 mm<sup>2</sup> de secção transversal, serão submetidos ao ensaio de microtração até sua fratura e avaliados sob microscopia óptica, para a classificação dos

**Endereço:** Av. Marechal Campos 1468

**Bairro:** S/N

**UF:** ES

**Telefone:** (27)3335-7211

**Município:** VITORIA

**CEP:** 29.040-091

**E-mail:** cep.ufes@hotmail.com ; cep@ccs.ufes.br

**CENTRO DE CIÊNCIAS DA  
SAÚDE/UFES**



Continuação do Parecer: 352.509

planos de fratura;

- Todos os valores de resistência de união obtidos serão submetidos aos testes de ANOVA, Tukey e T de Student ( $p < 0,05$ );

- Espera-se que a evaporação passiva do sistema adesivo à base de etanol/água ou acetona apresente diferença estatisticamente significativa na resistência de união dos espécimes à dentina.

**Objetivo da Pesquisa:**

Avaliar a influência da evaporação passiva e prévia de solventes à base de água/álcool e de acetona de sistemas adesivos na resistência de união à dentina.

**Avaliação dos Riscos e Benefícios:**

A pesquisa não apresenta riscos, uma vez que serão utilizados dentes humanos provenientes de um Banco de Dentes.

Os pesquisadores apontam como benefício o entendimento da influência da evaporação passiva do solvente, durante a utilização cotidiana dos sistemas adesivos na clínica odontológica, na resistência de união à dentina. Isso oferecerá aos cirurgiões-dentistas subsídios para utilização dos sistemas adesivos de maneira apropriada, de modo a alcançar o máximo de seus benefícios e propriedades para a adequada formação da camada híbrida.

**Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:**

Pesquisa muito bem instruída e delimitada. Não apresenta conflitos éticos.

**Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:**

Dispensa apresentação de TCLE.

Apresenta Declaração de fornecimento dos dentes necessários do Banco de Dentes da Faculdades Integradas São Pedro, após a aprovação deste CEP.

**Recomendações:**

**Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:**

O projeto de pesquisa não apresenta pendências ou inadequações.

**Situação do Parecer:**

Aprovado

**Necessita Apreciação da CONEP:**

Não

**Considerações Finais a critério do CEP:**

**Endereço:** Av. Marechal Campos 1468

**Bairro:** S/N

**CEP:** 29.040-091

**UF:** ES

**Município:** VITORIA

**Telefone:** (27)3335-7211

**E-mail:** cep.ufes@hotmail.com ; cep@ccs.ufes.br

CENTRO DE CIÊNCIAS DA  
SAÚDE/UFES



Continuação do Parecer: 352.509

VITORIA, 07 de Agosto de 2013

---

**Assinador por:**  
**Karina Tonini dos Santos Pacheco**  
**(Coordenador)**

**Endereço:** Av. Marechal Campos 1468

**Bairro:** S/N

**CEP:** 29.040-091

**UF:** ES

**Município:** VITORIA

**Telefone:** (27)3335-7211

**E-mail:** cep.ufes@hotmail.com ; cep@ccs.ufes.br

## ANEXO B- CARTA DOAÇÃO DE DENTES DO BANCO DE DENTES HUMANOS DA FAESA



BANCO DE DENTES HUMANOS DA FISP  
AEV/FAESA



### DECLARAÇÃO DO BANCO DE DENTES HUMANOS DA FISP - AEV/FAESA AO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA

Para fins de avaliação pelo Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) dessa instituição, o Banco de Dentes Humanos das Faculdades Integradas de São Pedro-AEV/FAESA compromete-se mais uma vez, a auxiliar pesquisadores na realização de seus projetos e sendo assim, após a aprovação do CEP, o Banco de Dentes declara que fornecerá 40 (quarenta) molares humanos (número e grupo de dentes) para a execução do trabalho de pesquisa intitulado: "Efeito da exposição passiva de solventes  
previsivelmente a adesão de resina composta  
à dentina: Estudo in vitro" a ser realizado por (autor(es)) Renan Mendes Godoy

Orientado por Flávia Bittencourt Peginatto

OBS. Os dentes somente serão liberados após vossa aprovação.

Vitória, ES, 11 de Junho de 2013

Secores

Coordenador do Banco de Dentes Humanos das FISP - AEV/FAESA

## ANEXO C- REGRAS DA REVISTA OPERATIVE DENTISTRY



# INSTRUCTIONS TO AUTHORS

### New Instructions as of 20 September 2008

Operative Dentistry requires electronic submission of all manuscripts. All submissions must be sent to Operative Dentistry using the [Allen Track upload site](#). Your manuscript will only be considered officially submitted after it has been approved through our initial quality control check, and any problems have been fixed. You will have 6 days from when you start the process to submit and approve the manuscript. After the 6 day limit, if you have not finished the submission, your submission will be removed from the server. You are still able to submit the manuscript, but you must start from the beginning. Be prepared to submit the following manuscript files in your upload:

- A Laboratory or Clinical Research Manuscript file must include:
  - a title
  - a running (short) title
  - a clinical relevance statement
  - a concise summary (abstract)
  - introduction, methods & materials, results, discussion and conclusion
  - references (see Below)
  - The manuscript **MUST NOT** include any:
    - identifying information such as:
      - Authors
      - Acknowledgements
      - Correspondence information
    - Figures
    - Graphs
    - Tables
- An acknowledgement, disclaimer and/or recognition of support (if applicable) must in a separate file and uploaded as supplemental material.
- All figures, illustrations, graphs and tables must also be provided as individual files. These should be high resolution images, which are used by the editor in the actual typesetting of your manuscript. Please refer to the instructions below for acceptable formats.
- All other manuscript types use this template, with the appropriate changes as listed below.

Complete the online form which includes complete author information and select the files you would like to send to Operative Dentistry. Manuscripts that do not meet our formatting and data requirements listed below will be sent back to the corresponding author for correction.

## GENERAL INFORMATION

- All materials submitted for publication must be submitted exclusively to Operative Dentistry.
- The editor reserves the right to make literary corrections.
- Currently, color will be provided at no cost to the author if the editor deems it essential to the manuscript. However, we reserve the right to convert to gray scale if color does not contribute significantly to the quality and/or information content of the paper.
- The author(s) retain(s) the right to formally withdraw the paper from consideration and/or publication if they disagree with editorial decisions.
- International authors whose native language is not English must have their work reviewed by a native English speaker prior to submission.
- Spelling must conform to the American Heritage Dictionary of the English Language, and SI units for scientific measurement are preferred.
- While we do not currently have limitations on the length of manuscripts, we expect papers to be concise; Authors are also encouraged to be selective in their use of figures and tables, using only those that contribute significantly to the understanding of the research.
- Acknowledgement of receipt is sent automatically. If you do not receive such an acknowledgement, please contact us at [editor@jopdent.org](mailto:editor@jopdent.org) rather than resending your paper.
- **IMPORTANT:** Please add our e-mail address to your address book on your server to prevent transmission problems from spam and other filters. Also make sure that your server will accept larger file sizes. This is particularly important since we send page-proofs for review and correction as .pdf files.

## REQUIREMENTS

### • FOR ALL MANUSCRIPTS

1. **CORRESPONDING AUTHOR** must provide a **WORKING / VALID** e-mail address which will be used for all communication with the journal.  
**NOTE:** Corresponding authors **MUST** update their profile if their e-mail or postal address changes. If we cannot contact authors within seven days, their manuscript will be removed from our publication queue.
2. **AUTHOR INFORMATION** must include:
  - full name of all authors
  - complete mailing address for each author
  - degrees (e.g. DDS, DMD, PhD)
  - affiliation (e.g. Department of Dental Materials, School of Dentistry, University of Michigan)
3. **MENTION OF COMMERCIAL PRODUCTS/EQUIPMENT** must include:
  - full name of product
  - full name of manufacturer
  - city, state and/or country of manufacturer



4. **MANUSCRIPTS AND TABLES** must be provided as Word files. Please limit size of tables to no more than one US letter sized page. (8 ½" x 11")
5. **ILLUSTRATIONS, GRAPHS AND FIGURES** must be provided as TIFF or JPEG files with the following parameters
  - line art (and tables that are submitted as a graphic) must be sized at approximately 5" x 7" and have a resolution of 1200 dpi.
  - gray scale/black & white figures must have a minimum size of 3.5" x 5", and a maximum size of 5" x 7" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
  - color figures must have a minimum size of 2.5" x 3.5", and a maximum size of 3.5" x 5" and a minimum resolution of 300 dpi and a maximum of 400 dpi.
  - color photographs must be sized at approximately 3.5" x 5" and have a resolution of 300 dpi.

## • **OTHER MANUSCRIPT TYPES**

1. **CLINICAL TECHNIQUE/CASE STUDY MANUSCRIPTS** must include:
  - a running (short) title
  - purpose
  - description of technique
  - list of materials used
  - potential problems
  - summary of advantages and disadvantages
  - references (see below)
2. **LITERATURE AND BOOK REVIEW MANUSCRIPTS** must include:
  - a running (short) title
  - a clinical relevance statement based on the conclusions of the review
  - conclusions based on the literature review...without this, the review is just an exercise
  - references (see below)

## • **FOR REFERENCES**

**REFERENCES** must be numbered (superscripted numbers) consecutively as they appear in the text and, where applicable, they should appear after punctuation.

The reference list should be arranged in numeric sequence at the end of the manuscript and should include:

1. Author(s) last name(s) and initial (**ALL AUTHORS** must be listed) followed by the date of publication in parentheses.
2. Full article title.

3. Full journal name in italics (no abbreviations), volume and issue numbers and first and last page numbers complete (i.e. 163-168 NOT attenuated 163-68).
4. Abstracts should be avoided when possible but, if used, must include the above plus the abstract number and page number.
5. Book chapters must include chapter title, book title in italics, editors' names (if appropriate), name of publisher and publishing address.
6. Websites may be used as references, but must include the date (day, month and year) accessed for the information.
7. Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner with "In press" following the journal name.
8. **DO NOT** include unpublished data or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date.

### EXAMPLES OF REFERENCE STYLE

- Journal article: two authors  
Evans DB & Neme AM (1999) Shear bond strength of composite resin and amalgam adhesive systems to dentin *American Journal of Dentistry* **12(1)** 19-25.
- Journal article: multiple authors  
Eick JD, Gwinnett AJ, Pashley DH & Robinson SJ (1997) Current concepts on adhesion to dentin *Critical Review of Oral and Biological Medicine* **8(3)** 306-335.
- Journal article: special issue/supplement  
Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P & Vanherle G (2001) Adhesives and cements to promote preservation dentistry *Operative Dentistry* (**Supplement 6**) 119-144.
- Abstract:  
Yoshida Y, Van Meerbeek B, Okazaki M, Shintani H & Suzuki K (2003) Comparative study on adhesive performance of functional monomers *Journal of Dental Research* **82(Special Issue B)** Abstract #0051 p B-19.
- Corporate publication:  
ISO-Standards (1997) ISO 4287 Geometrical Product Specifications Surface texture: Profile method – Terms, definitions and surface texture parameters *Geneve: International Organization for Standardization* **1st edition** 1-25.

- Book: single author  
Mount GJ (1990) *An Atlas of Glass-ionomer Cements* Martin Duntz Ltd, London.
- Book: two authors  
Nakabayashi N & Pashley DH (1998) *Hybridization of Dental Hard Tissues* Quintessence Publishing, Tokyo.
- Book: chapter  
Hilton TJ (1996) Direct posterior composite restorations In: Schwarts RS, Summitt JB, Robbins JW (eds) *Fundamentals of Operative Dentistry* Quintessence, Chicago 207-228.
- Website: single author  
Carlson L (2003) Web site evolution; Retrieved online July 23, 2003  
from: <http://www.d.umn.edu/~lcarlson/cms/evolution.html>
- Website: corporate publication  
National Association of Social Workers (2000) NASW Practice research survey 2000. NASW Practice Research Network, 1. 3. Retrieved online September 8, 2003  
from: <http://www.socialworkers.org/naswprn/default>