

Investigação

Influência de alterações ao protocolo de aplicação na resistência adesiva ao corte de adesivo self-etch um-passo

Joana Fróis*, Gonçalo Barragán, Filipa Chasqueira e Jaime Portugal

Faculdade de Medicina Dentária, Universidade de Lisboa, Lisboa, Portugal

INFORMAÇÃO SOBRE O ARTIGO

Historial do artigo:

Recebido a 15 de novembro de 2011

Aceite a 29 de janeiro de 2012

On-line a 20 de março de 2012

Palavras-chave:

Adesão

Adesivos dentinários

Auto-condicionante

Prompt L-Pop

Resistência ao corte

Dentina

Humano

R E S U M O

Objetivos: Avaliar a influência de alterações ao protocolo de aplicação na resistência adesiva a tensões de corte de adesivo self-etch um-passo e no tipo de falha de união à dentina humana.

Materiais e métodos: A partir de 40 molares humanos não cariados obtiveram-se 80 fatias de dentina que foram distribuídas aleatoriamente pelos diferentes grupos experimentais (n = 20), segundo o protocolo de aplicação do Adper™ Prompt™ L—Pop™: 1) indicações do fabricante; 2) pré-condicionamento ácido; 3) aplicação de camada suplementar de adesivo; 4) aplicação de camada de resina hidrófoba. Após a polimerização do sistema adesivo, foi aplicado compósito sobre este. Depois de um período de armazenamento (37 °C – 100% humidade relativa – 72 horas) foram realizados testes de resistência adesiva ao corte e avaliado o tipo de falha de união. Os valores de resistência adesiva foram analisados com ANOVA seguida de testes post-hoc segundo Tukey e o tipo de falha de união com testes estatísticos não paramétricos (Kruskal-Wallis e Mann-Whitney).

Resultados: Os valores médios de resistência adesiva variaram entre 7,56 MPa e 19,31 MPa. A aplicação de camada adicional do adesivo e de camada hidrófoba permitiu obter valores de adesão estatisticamente mais elevados do que a aplicação segundo as indicações do fabricante ou com pré-condicionamento ácido (p < 0,05). A falha obtida foi predominantemente do tipo adesivo em todos os grupos experimentais, com exceção do grupo em que foi aplicada camada hidrófoba, onde a falha foi predominantemente mista.

Conclusão: É possível aumentar os valores de adesão do sistema adesivo estudado através da alteração do protocolo preconizado pelo fabricante.

© 2011 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Publicado por Elsevier España, S.L. Todos os direitos reservados.

Influence of changes to application protocol in shear bond strength of a one-step self-etch adhesive

A B S T R A C T

Objectives: To evaluate the influence of changes on the application protocol of an one-step self-etch adhesive on the shear bond strength and the bond failure type to human dentin.

Keywords:

Dental bonding

* Autor para correspondência.

Correio eletrónico: joanafrois@gmail.com (J. Fróis).

Dentin-bonding agents
Self-etching
Prompt L-Pop
Shear strength
Dentin
Human

Materials and methods: 80 slices of dentin were obtained from 40 non-cariou human molars and randomly distributed by experimental groups (n = 20) according to the application protocol of Adper™ Prompt™ L-Pop™: 1) manufacturer's instructions, 2) pre-etching, 3) additional adhesive layer, 4) additional hydrophobic layer. Composite was applied over light cured adhesive system and specimens were stored for 72 hours (37° C - 100% relative humidity). Shear bond strength tests were performed and the type of failure was evaluated. The bond strength values were analyzed using ANOVA followed by Tukey's post-hoc tests, and the type of failure with non-parametric statistical tests (Kruskal-Wallis and Mann-Whitney).

Results: The mean bond strength values ranged from 7.56 MPa to 19.31 MPa. The application of additional adhesive layer and additional hydrophobic layer yielded statistically higher bond strength values than the application according to the manufacturer's instructions or with pre-etching (p < 0.05). The failure type obtained was predominantly adhesive in all experimental groups, with the exception of the hydrophobic layer group, where the failure was mostly mixed.

Conclusion: It is possible to increase the bonding values of the adhesive studied by changing manufacturer's instructions.

© 2011 Sociedade Portuguesa de Estomatologia e Medicina Dentária. Published by Elsevier España, S.L. All rights reserved.

Introdução

A procura do sistema adesivo ideal tem sido uma constante desde que Buonocore, em 1955, introduziu o conceito da dentisteria adesiva¹. Várias têm sido as tentativas de melhorar o seu desempenho clínico, simplificar a sua utilização, otimizar as suas propriedades e contrariar as suas limitações. Os adesivos autocondicionantes de um só passo, *self-etch* 1-passo, representam uma tentativa de simplificação dos sistemas adesivos, de modo a tornar os procedimentos clínicos mais fáceis e rápidos e, portanto, menos passíveis de erros²⁻⁴.

Estes adesivos são constituídos por monómeros funcionais acídicos com capacidade de infiltração no esmalte e dentina por dissolução parcial da hidroxiapatite presente⁵. Têm como mecanismo de ação não a remoção da *smear layer*, como acontece com os sistemas adesivos *etch-&rinse*, mas a sua modificação de maneira a torná-la permeável ao adesivo². No entanto, parecem apresentar um pior desempenho clínico e laboratorial comparativamente aos adesivos *etch-&rinse* 3-passos, registando, nomeadamente valores de adesão mais baixos⁶⁻¹³. A justificação para este facto parece estar relacionada com o facto de os adesivos *self-etch* 1-passo, quando polimerizados, criarem uma estrutura porosa que não impede o movimento de água através da camada híbrida^{14,15}. Por outro lado, apresentam água na sua composição, necessária para dissociar os fracos monómeros acídicos em formas ionizadas, permitindo a efetiva desmineralização dos tecidos dentários e a penetração do adesivo. A dificuldade na eliminação completa da água poderá ser responsável por uma deficiente polimerização do adesivo e contribuir para a redução das propriedades mecânicas da camada adesiva². Finalmente, a espessura da camada criada por este tipo de adesivo é muito fina, o que poderá facilitar o contacto com o oxigénio que contribuirá, também, para a inibição da sua adequada polimerização¹⁶.

Na tentativa de superar estas limitações e de melhorar o desempenho dos sistemas adesivos *self-etch* 1-passo, vários autores têm sugerido alterações ao protocolo de

aplicação recomendado pelo respetivo fabricante¹⁶⁻²⁵. O pré-condicionamento da superfície dentária com ácido fosfórico, a forma e o tempo de aplicação do adesivo, a aplicação sucessiva de diversas camadas de adesivo, com ou sem a fotopolimerização do adesivo entre aplicações, e a aplicação de uma camada suplementar de resina hidrófoba têm sido algumas das alterações ao protocolo testadas com resultados contraditórios¹⁶⁻²⁵.

O presente estudo teve como objetivos analisar a influência de alterações ao protocolo de aplicação indicado pelo fabricante na resistência adesiva a tensões de corte e no tipo de falha de união do sistema adesivo *self-etch* 1-passo, Adper™ Prompt™ L-Pop™, à dentina humana.

Materiais e métodos

Foram utilizados 40 dentes molares humanos íntegros, extraídos por motivos periodontais e/ou ortodônticos, e armazenados em solução de cloramina T 0,5%, durante 8 dias. Após a eliminação da raiz, foram realizados com uma serra de precisão Isomet 1000 (Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, EUA) e em cada coroa, 3 cortes sagitais no sentido mesio-distal, de maneira a obter 2 fatias de dentina com uma espessura de 3 mm (fig. 1). Desta forma, foi obtido um total de 80 fatias de dentina, aleatoriamente divididas em 4 grupos experimentais (n = 20), de acordo com o protocolo de aplicação do sistema adesivo utilizado (tabela 1).

Na superfície externa de cada fatia de dentina, foi simulada a criação de *smear layer* com uma lixa de carboneto de silício, com grão 320 (30-5218-320, Struers, Copenhaga, Dinamarca), montada numa polidora manual (Struers Lunn Major, Struers, Copenhaga, Dinamarca), sob água corrente²⁶. Após lavagem e secagem suave, as fatias de dentina foram montadas em placas de Watanabe, com uma película adesiva transparente perfurada (fig. 2), para se obter uma área de adesão padronizada com 3 mm de diâmetro²⁷. O adesivo *self-etch* 1-passo, Adper™ Prompt™ L-Pop™, foi utilizado de acordo com o grupo experimental e sobre ele foram aplicados dois incrementos de compósito Filtek Z250, com

Tabela 1 – Delineamento experimental

Grupos experimentais	Protocolo de adesão	
Grupo 1 (instruções do fabricante)	Adesivo Adper™ Prompt™ L-Pop™ Self-Etch – 3M 1.ª camada esfregando a superfície de dentina durante 15 segundos Secagem com jato de ar suave durante 5 segundos 2.ª camada de adesivo de forma idêntica à primeira Nova secagem 5 segundos Fotopolimerização do adesivo durante 10 segundos	
Grupo 2 (pré-condicionamento com ácido fosfórico)	Condicionamento prévio com ácido Scotchbond™ Etchant (35% ácido fosfórico) Ácido fosfórico a 35%, Scotchbond™ Etchant, durante 15 segundos. Lavagem durante 15 segundos. Superfície de dentina foi seca com jato de ar durante 5 segundos.	Adesivo Adper™ Prompt™ L-Pop™ Self-Etch – 3M Foi aplicado o protocolo descrito para o grupo 1
Grupo 3 (aplicação de camada suplementar do sistema adesivo)	Camada extra de adesivo Adper™ Prompt™ L-Pop™ Self-Etch antes de fotopolimerizar Procedimento descrito no grupo 1, mas, antes da fotopolimerização do adesivo, realizou-se a aplicação de uma 3.ª camada de adesivo Adper™ Prompt™ L-Pop™ Self-Etch. Só após a aplicação desta 3.ª camada de adesivo se procedeu à fotopolimerização, durante 10 segundos	
Grupo 4 (aplicação de camada hidrófoba suplementar)	Adesivo Adper™ Prompt™ L-Pop™ Self-Etch – 3M Foi aplicado o protocolo descrito para o grupo 1	Camada hidrófoba (Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Plus) Após a sua fotopolimerização, foi aplicada uma camada de resina hidrófoba, o adesivo (frasco 3) do sistema adesivo Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Plus, que foi de seguida fotopolimerizada durante 10 segundos

2 mm de espessura (tabela 2). Tanto o sistema adesivo como cada incremento de compósito foram fotopolimerizados de acordo com o protocolo ilustrado na tabela 1, com um aparelho fotopolimerizador Ortholux LED (3M

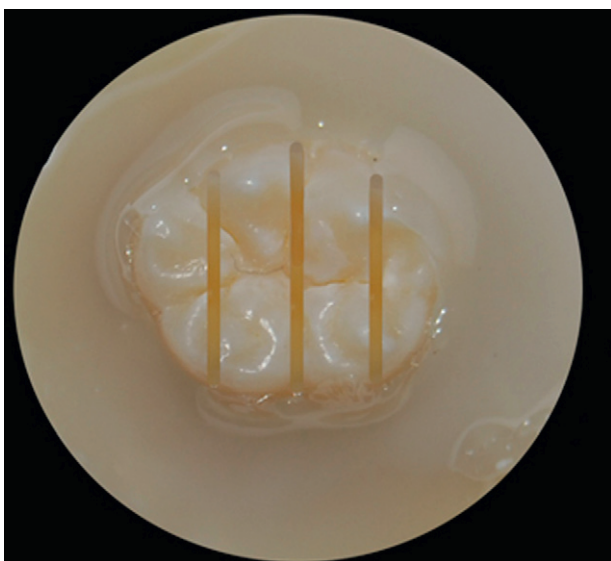


Figura 1 – Cortes sagitais ao nível coronal, com o intuito de obter duas fatias de dentina com uma espessura de 3 mm.

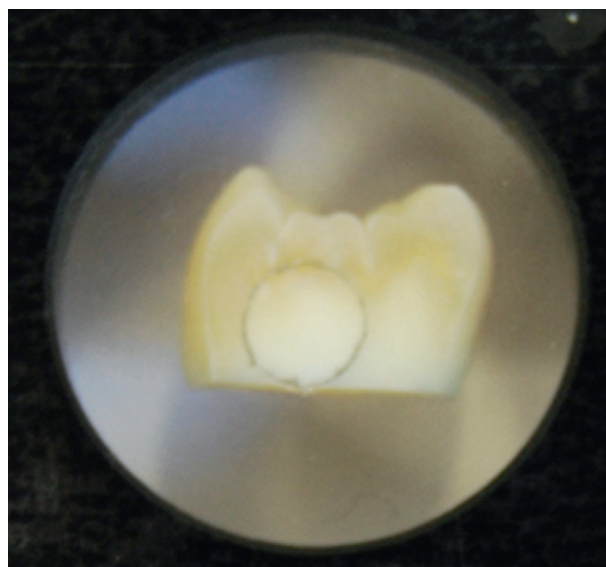


Figura 2 – Espécimes montados em placas de Watanabe, com uma película adesiva transparente perfurada, para se obter uma área de adesão padronizada com 3 mm de diâmetro.

Tabela 2 – Características dos materiais utilizados no estudo laboratorial

Nome Comercial	Adesivo Adper™ Prompt™ L-Pop™ Self-Etch	Ácido Scotchbond™ Etchant	Adesivo Adper™ Scotchbond™ Multi-Purpose Plus	Filtek z250 (A3)
Fabricante	3M ESPE	3M ESPE	3M ESPE	3M ESPE
Composição	Compartimento A (vermelho): Fosfato mono e di-HEMA, dimetacrilato, canforoquinona, substituto de amina aromática e substituto fenol Compartimento B (amarelo): Água, hidroxietilmetacrilato, ácido metacrilato policarbônico e substituto de fenol Compartimento C (verde): pincel	Ácido fosfórico com concentração de 35%	Bis-GMA, HEMA e canforoquinona	Matriz orgânica: Bis-GMA, UDMA, Bis-EMA Parte inorgânica: Zircônia/Sílica com 82% em peso e 60% em volume. Com tamanho médio das partículas de 0,6 µm
Lote	384012	8LC	N191364	N117193
Validade	Jan-12	Dez-2011	Jul-2013	Jul-2012

Tabela 3 – Sistema de classificação do tipo de Falha de união

Classificação	Tipo de Falha de união	Descrição da Falha
A	Falha Adesiva	Falha entre o sistema adesivo e a dentina
M	Falha Adesiva-Coesiva (mista)	Falha entre o sistema adesivo e a dentina e ao nível da resina composta
C	Falha Coesiva	Falha ao nível da resina composta

Unitek, Puchheim, Alemanha), com uma intensidade de 800 mW/cm².

Os espécimes montados nas placas de Watanabe foram armazenados numa estufa a 37 °C, com humidade relativa de 100%, durante um período de 72 horas.

Os testes de resistência adesiva sob tensão de corte foram realizados a uma velocidade de 5 mm/min²⁸ com uma célula de carga de 1 kN montada numa máquina de testes mecânicos universal Instron modelo 4502 (Instron Ltd., Bucks, HP 12 3SY, Inglaterra). A tensão de corte no momento da fratura foi registada em MegaPascal (MPa).

As interfaces da fratura foram observadas com um estereomicroscópio, Meiji Techno EMZ -8TR n.º de série 411479 (Meiji Techno Co., Saitama, Japão) com uma ampliação de 20 vezes e o tipo de falha de união classificado como adesiva, mista ou coesiva (tabela 3)²⁹.

Os dados obtidos foram analisados estatisticamente, utilizando o programa SPSS for Windows, versão 16.0 (SPSS Inc., Chicago, IL 60606, EUA). Os valores de resistência adesiva sob tensões de corte foram submetidos a uma análise de variância fatorial (ANOVA), com uma dimensão, seguida de testes *post-hoc* segundo o método de Tukey. O tipo de falha de união foi analisado com testes não paramétricos segundo o método de Kruskal-Wallis, seguido do teste de Mann-Whitney, corrigido segundo o método de Bonferroni.

Resultados

Os valores médios de resistência adesiva variaram entre 7,56 MPa e 19,31 MPa para o grupo com pré-condicionamento

ácido da dentina e para os espécimes com camada de resina hidrófoba, respetivamente (fig. 3). A aplicação de uma camada adicional do adesivo ou de uma camada hidrófoba permitiu obter valores de resistência adesiva estatisticamente mais elevados do que os obtidos com a aplicação segundo as indicações do fabricante ou do pré-condicionamento de ácido ($p < 0,05$).

A falha de união obtida foi predominantemente do tipo adesivo em todos os grupos experimentais, com exceção do grupo em que foi aplicada uma camada hidrófoba, no qual se verificou um tipo de falha predominantemente misto (fig. 4). O teste de Kruskal-Wallis revelou que o tipo de protocolo de aplicação apresentou uma influência estatisticamente muito significativa ($p < 0,001$) sobre a distribuição do tipo de falha observado. A comparação entre os grupos, com o teste de Mann-Whitney, corrigido segundo o método de Bonferroni, mostrou existirem diferenças entre o grupo em que foi adicionada uma camada hidrófoba e os restantes 3 grupos de forma estatisticamente significativa ($p = 0,008$). Não foram observadas diferenças nas restantes comparações ($p \geq 0,05$).

Discussão

Uma das limitações que têm vindo a ser apontadas aos adesivos *self-etch* 1-passo é a reduzida resistência adesiva ao esmalte³. Na tentativa de aumentar estes valores de adesão, tem sido preconizado por diversos autores o pré-condicionamento do esmalte com ácido fosfórico^{22,30-32}. A adoção de tal procedimento na dentina não tem revelado estes benefícios^{17,22,33}. Os resultados obtidos no presente estudo apontam no mesmo sentido: o pré-condicionamento da dentina com ácido fosfórico não contribuiu para o aumento dos valores de adesão, mostrando até uma ligeira tendência de diminuição destes valores, que, no entanto, não apresentou significado estatístico. Tal facto poderá ser devido a uma excessiva desmineralização da dentina, que poderá dificultar a penetração do adesivo na totalidade da malha de colagénio²².

Para aumentar a adesão promovida por estes adesivos à dentina, têm sido propostas várias alterações ao protocolo de utilização recomendado pelo fabricante, entre as quais se

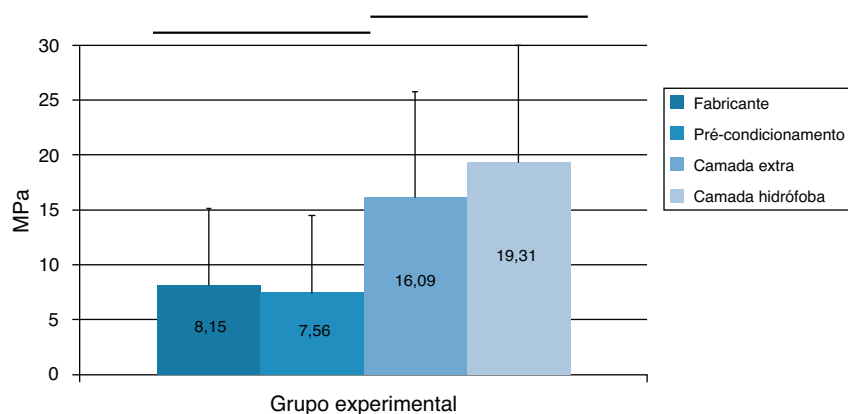


Figura 3 – Resistência adesiva sob forças de corte em dentina humana de acordo com o grupo experimental (os grupos representados sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas) ($p \geq 0,05$).

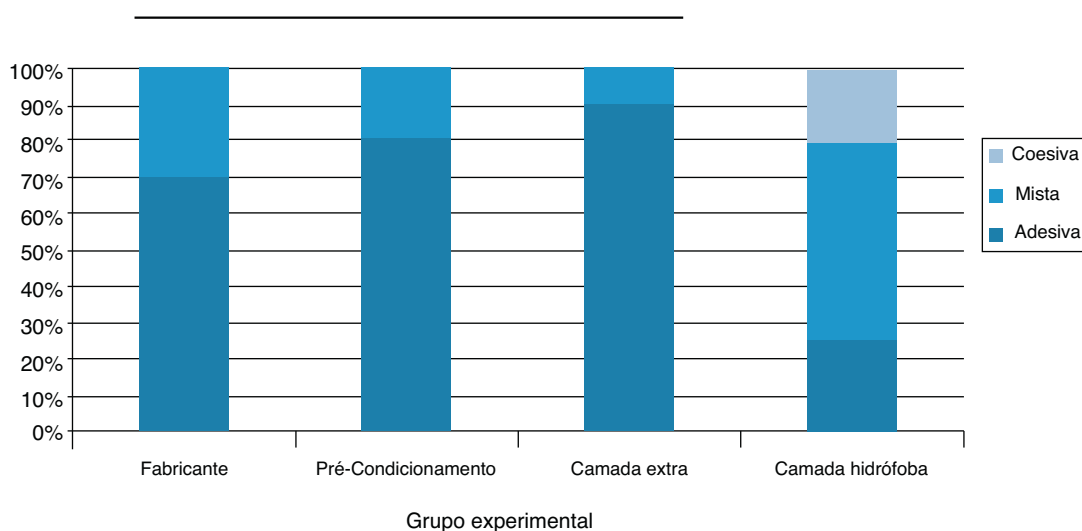


Figura 4 – Distribuição do tipo de falhas de união de acordo com o grupo experimental (os grupos representados sob a mesma linha não apresentam diferenças estatisticamente significativas) ($p \geq 0,05$).

encontra a sucessiva aplicação de múltiplas camadas de adesivo e a aplicação suplementar de uma resina hidrófoba¹⁶⁻²⁵.

No presente estudo, a aplicação de uma camada suplementar do AdperTMPromptTML-PopTM contribuiu para um aumento dos valores de adesão à dentina. Estes resultados encontram-se de acordo com a maioria dos estudos anteriores^{16,17,24}, embora se tenha observado que a eficácia desta medida esteja dependente do adesivo estudado e do número de aplicações suplementares^{16,19,20,23,24}. A necessidade de secagem com jato de ar para promover a evaporação da água após a aplicação dos adesivos *self-etch* 1-passo e o facto de a espessura da estrutura formada por alguns destes adesivos ser muito reduzida poderão ser fatores responsáveis pelo excessivo contacto do adesivo com o oxigénio, que parece limitar a sua correta polimerização¹⁷. A aplicação de múltiplas camadas de adesivo parece permitir a sua adequada polimerização, resultando num aumento da resistência adesiva¹⁷. Por outro lado, a força de adesão depende do grau de penetração dos monómeros na rede de colagénio³⁴. Ao serem

aplicadas várias camadas de adesivo, o solvente evaporar-se-á entre cada aplicação, resultando no aumento da concentração dos monómeros, o que facilitará a sua infiltração e capacidade de polimerização^{19,20,34}.

O benefício da aplicação de uma camada hidrófoba sobre os adesivos *self-etch* 1-passo também se tem revelado algo controverso e dependente do adesivo utilizado^{16,24,32}. Trabalhos anteriores parecem demonstrar que o período de armazenamento que decorre entre os procedimentos de adesão e a realização dos ensaios de resistência adesiva influencia o efeito da aplicação de uma resina fluida hidrófoba após a fotopolimerização do AdperTMPromptTML-PopTM. Nos estudos em que os ensaios mecânicos foram realizados 24 horas após os procedimentos de adesão, a aplicação da resina hidrófoba não contribuiu para o aumento dos valores de adesão^{17,24}. No entanto, no presente trabalho, em que os testes de resistência adesiva foram realizados 72 horas após os procedimentos adesivos, a aplicação suplementar de uma camada de resina hidrófoba sobre o AdperTMPromptTML-PopTM conduziu a um

aumento da adesão. Resultados similares foram obtidos num outro estudo com o mesmo tempo de envelhecimento²¹. Tal facto poderá ser devido a uma rápida degradação da interface de adesão, que se verificará quando a membrana permeável criada pelo AdperTMPromptTML-PopTM não é impermeabilizada por uma resina hidrófoba. Os adesivos *self-etch* 1-passo, após a sua polimerização, comportam-se como uma membrana semipermeável que permite o movimento bidirecional de água através da sua estrutura¹⁴. Com a aplicação de uma camada hidrófoba, esta membrana será impermeabilizada, reduzindo os efeitos nocivos da difusão de água da camada híbrida para a interface entre o adesivo e a resina composta^{9,35}. Por outro lado, a aplicação da camada hidrófoba aumenta a concentração de monómeros hidrofóbicos, que também poderá explicar o aumento das forças de adesão¹⁶. Finalmente, esta camada hidrófoba promove o aumento da espessura da camada adesiva, que reduz as tensões criadas pela contração de polimerização das resinas compostas e contribui para uma melhor distribuição das tensões geradas durante os ensaios mecânicos^{21,36}. Segundo o presente estudo, a aplicação da camada hidrófoba foi a única modificação que influenciou o tipo de falha de união. A existência de falhas coesivas poderá indicar a obtenção de valores de adesão que se aproximam dos valores de resistência coesiva do compósito. O efeito benéfico do recurso a uma camada hidrófoba suplementar parece manter-se durante os primeiros 6 meses²⁴. No entanto, são necessários mais estudos que ajudem a melhor compreender as características da interface de união criada com estes adesivos, utilizando tempos de envelhecimentos mais consentâneos com a duração que se entende ser clinicamente aceitável para uma restauração colocada em função.

Conclusões

Este trabalho permite concluir que tanto os valores de adesão do sistema adesivo estudado como o tipo de falha obtido são influenciados por alterações ao protocolo de aplicação preconizado pelo fabricante.

A aplicação de uma camada adicional do adesivo ou de uma camada hidrófoba poderá ser uma alternativa ao protocolo recomendado pelo fabricante de forma a aumentar os valores de adesão.

Responsabilidades éticas

Proteção de pessoas e animais. Os autores declaram que os procedimentos seguidos estavam de acordo com os regulamentos estabelecidos pelos responsáveis da Comissão de Investigação Clínica e Ética e de acordo com os da Associação Médica Mundial e da Declaração de Helsinki.

Confidencialidade dos dados. Os autores declaram que não aparecem dados de pacientes neste artigo.

Direito à privacidade e consentimento escrito. Os autores declaram que não aparecem dados de pacientes neste artigo.

Conflito de interesses

Os autores declaram não haver conflito de interesses.

Agradecimentos

Este trabalho foi realizado na UICOB, unidade I&D n.º 4062 da FCT.

BIBLIOGRAFIA

- Buonocore M. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res.* 1955;34:849-53.
- Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28:215-35.
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt K. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27:17-28.
- Van Meerbeek B, Vargas M, Inoue S, Yoshida Y, Peumans M, Lambrechts P, et al. Adhesives and cements to promote preservation dentistry. *Oper Dent.* 2001;6:119-44.
- Carvalho R, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley D, Pratib C, Taye F. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials.* 2005;26:1035-42.
- Ermis R, Van Landuyt K, Cardoso M, De Munck J, Van Meerbeek B, Peumans M. Clinical effectiveness of a one-step self-etch adhesive in non-cariou cervical lesions at 2 years. *Clin Oral Investig.* 2011 [Epub ahead of print]. DOI:10.1007/s00784-011-0565-4.
- Perdigão J, Dutra-Corrêa M, Saraceni C, Ciaramicoli M, Kiyan V, Queiroz C. Randomized clinical trial of four adhesion strategies: 18-month results. *Oper Dent.* 2012;37:3-11.
- Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Clinical effectiveness of contemporary adhesives: A systematic review of current clinical trials. *Dent Mater.* 2005;21:864-81.
- De Munck J, Vargas M, Iracki J, Van Landuyt K, Poitevin A, Lambrecht P, et al. One-day bonding effectiveness of new self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Oper Dent.* 2005;30:39-49.
- Perdigão J, Sezinando A, Gomes G. Microtensile bond strengths and interfacial examination of a polyalkenoate-based 1-step adhesive. *Am J Dent.* 2011;24:215-20.
- Sarr M, Kane A, Vreven J, Mine A, Van Landuyt K, Peumans M, et al. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent.* 2010;35:94-104.
- Sadek F, Goracci C, Cardoso P, Tay F, Ferrari M. Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent.* 2005;7:297-302.
- Van Landuyt K, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P. Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2009;11:175-90.
- Tay F, Pashley D, Suh B, Carvalho R, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes. *J Dent.* 2002;30:371-82.
- Tay F, Lai C, Chersoni S, Pashley D, Mak Y, Suppa P, et al. Osmotic blistering in enamel bonded with one-step self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2004;83:290-5.
- Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Reis A, Loguercio A. Effect of double-application or the application of a

- hydrophobic layer for improved efficacy of one-step self-etch systems in enamel and dentin. *Oper Dent.* 2008;33:564-70.
17. Frankenberger R, Perdigão J, Rosa BT, Lopes M. "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater.* 2001;17:373-80.
 18. Pashley D, Pashley E, Carvalho R, Tay F. The effects of dentin permeability on restorative dentistry. *Dent Clin North Am.* 2002;46:211-45.
 19. Hashimoto M, Sano H, Yoshida E, Hori M, Kaga M, Oguchi HE, et al. Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Oper Dent.* 2004;29:416-23.
 20. Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, et al. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent.* 2005;7:133-41.
 21. Brackett W, Ito S, Tay F, Haisch L, Pashley D. Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent.* 2005;30:733-8.
 22. Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater.* 2006;22:533-44.
 23. Erhardt M, Osorio R, Pisani-Proença J, Aguilera F, Osorio E, Breschi L, et al. Effect of double layering and prolonged application time on MTBS of water/ethanol-based self-etch adhesives to dentin. *Oper Dent.* 2009;34:571-7.
 24. Reis A, Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Bauer JR, Grande R, et al. Can the durability of one-step self-etch adhesives be improved by double application or by an extra layer of hydrophobic resin? *J Dent.* 2008;36:309-15.
 25. Amaral R, Stanislawczuk R, Zander-Grande C, Michel M, Reis A, Loguercio A. Active application improves the bonding performance of self-etch adhesives to dentin. *J Dent.* 2009;37:82-90.
 26. Oliveira SSA, Pugach MK, Hilton JF, Watanabe L, Marshall SJ, Marshall GW. The influence of the dentin smear-layer on adhesion: a self-etching primer vs a total-etch system. *Dent Mater.* 2003;19:758-67.
 27. Oliveira S, Bernardo M, Portugal J, Leitão J. Reparação imediata de restaurações directas em resina composta utilizando sistemas adesivos Self-Etching. *Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac.* 2005;46:197-202.
 28. Watanabe LG, Marshall GW, Marshall SJ. Variables influence on shear bond strength testing to dentin. In: *Advanced adhesive dentistry - 3rd International Kuraray Symposium: Granada International Symposium*, Kuraray Co, ltd. 1999. p. 75-90.
 29. Portugal J, Marques P, Jardim J, Leitão J. Shear Bond Strength of Aged Dental Amalgam Repaired with Composite. *Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac.* 2008;49:69-74.
 30. Khosravi K, Ataei E, Mousavi M, Khodaeian N. Effect of phosphoric acid etching of enamel margins on the microleakage of a simplified all-in-one and a self-etch adhesive. *Oper Dent.* 2009;34:531-6.
 31. Erickson R, Barkmeier W, Kimmes N. Bond strength of self-etch adhesives to pre-etched enamel. *Dent Mater.* 2009;25:1187-94.
 32. Nagpal R, Manuja N, Tyagi S, Singh U. In vitro bonding effectiveness of self-etch adhesives with different application techniques: A microleakage and scanning electron microscopic study. *J Conserv Dent.* 2011;14:258-63.
 33. Proença J, Polido M, Osorio E, Erhardt M, Aguilera F, García-Godoy F, et al. Dentin regional bond strength of self-etch and total-etch adhesive systems. *Dent Mater.* 2007;23:1542-8.
 34. Perdigão J. New developments in dental adhesion. *Dent Clin North Am.* 2007;51:333-57.
 35. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Lenarda RD, Dorigo E. Dental adhesion review: Aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24:90-101.
 36. Choi K, Condon J, Ferracane J. The effects of adhesive thickness on the polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res.* 2000;79:812-7.