



PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ

ESCOLA DE CIÊNCIAS DA VIDA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA

ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA

EDUARDO MONTEIRO MEDA

**EFEITO DE CO-INICIADOR ASSOCIADO A SISTEMAS ADESIVOS SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS DUAIS À DENTINA**

CURITIBA

2017

EDUARDO MONTEIRO MEDA

**EFEITO DE CO-INICIADOR ASSOCIADO A SISTEMAS ADESIVOS SOBRE A
RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS DUAIS À DENTINA**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Odontologia, Área de Concentração em Dentística.

Orientador: Prof. Dra. Evelise Machado de Souza

CURITIBA

2017

Dados da Catalogação na Publicação
Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Sistema Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR
Biblioteca Central

M488e Meda, Eduardo Monteiro
2017 Efeito de co-iniciador associado a sistemas adesivos sobre a resistência de união de cimentos resinosos duais à dentina / Eduardo Monteiro Meda ; orientadora, Evelise Machado de Souza. – 2017.
78 f. : il. ; 30 cm

Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2017
Inclui bibliografias
Texto em português e inglês

1. Cimentos dentários. 2. Cimentos de resina. 3. Dentina. 4. Odontologia.
I. Souza, Evelise Machado de. II. Pontifícia Universidade Católica do Paraná.
Programa de Pós-Graduação Odontologia. III. Título.

CDD 22. ed. – 617.6



Pontifícia Universidade Católica do Paraná
Escola Saúde e Biociências
Programa de Pós-Graduação em Odontologia

TERMO DE APROVAÇÃO

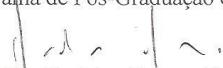
EDUARDO MONTEIRO MEDA

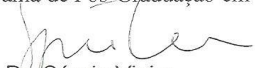
EFEITO DE CO-INICIADOR ASSOCIADO A SISTEMAS ADESIVOS SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS DUAIS À DENTINA

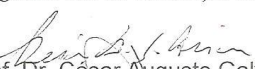
Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, como parte dos requisitos parciais para a obtenção do Título de **Doutor em Odontologia**, Área de Concentração em **Dentística**.

Orientador (a):


Prof.^a Dr.^a Evelise Machado de Souza
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Rodrigo Nunes Rached
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. Sérgio Vieira
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, PUCPR


Prof. Dr. César Augusto Galvão Arrais
Programa de Pós-Graduação em Odontologia, UEPG


Prof. Dr. Eduardo Christiano Caregnatto de Moraes
Curso de Odontologia, UFPR

Curitiba, 17 de março de 2017.

Aos meus filhos, Mariana e Eduardo, pela fonte inesgotável de alegria, amor e carinho em minha vida. Vocês são o meu grande incentivo de viver a vida de forma honesta, alegre e dedicada.

A minha esposa Andréa por todo apoio, incentivo e confiança ao longo destes anos. E, que se revelou uma mãe exemplar transbordando amor e carinho pelo nosso filho Eduardo. Você, meu amor, foi fundamental nesta minha conquista.

Aos meus pais, Percio e Maria Aparecida, que deram-me a vida e ensinaram-me a vivê-la com dignidade. Obrigado pelo esforço e dedicação com todos os filhos e netos.

A minha mãe, uma pessoa maravilhosa e que possui uma inexplicável força de encarar a vida. A minha grande inspiração para eu me tornar o que sou hoje. Obrigado por tanto amor.

Ao meu irmão gêmeo Ricardo, meu grande amigo e incentivador em todos os desafios da minha vida. Meu guerreiro e amado parceiro. Ao meu irmão Percio pelo incentivo e conselhos precisos que foram essenciais para o meu crescimento pessoal e profissional.

AGRADECIMENTOS

À professora Dra. Evelise Machado de Souza pela determinação e empenho na orientação deste trabalho. Pelo grande exemplo de honestidade e enorme capacidade na área de educação e pesquisa odontológica.

Aos professores Dr. Rodrigo Nunes Rached, Dr. Rui Fernando Mazur e Dra. Sônia Mara Luczyszyn pela amizade e relevante avaliação deste trabalho no exame de qualificação.

Ao professor Dr. Sérgio Roberto Vieira pela oportunidade, respeito e amizade durante a minha carreira profissional.

À professora Dra. Vânia Portela Ditzel Westphalen pela bondade, seriedade e competência na gestão da Clínica Odontológica da Pontifícia Universidade Católica do Paraná.

Ao professor Dr. Sérgio Aparecido Ignácio pelo companheirismo e competência na realização da parte estatística desta tese.

Ao professor Dr. Paulo César Soares Júnior pela ajuda e por disponibilizar o Laboratório de Engenharia para a execução de parte do projeto desta tese.

Ao Curso de Odontologia da Pontifícia Universidade Católica do Paraná, na pessoa do diretor Dr. Monir Tacla pela oportunidade e incentivo a minha carreira docente nesta instituição.

À funcionária da Clínica Odontológica Rosana pela atenção dispensada e a disponibilidade em ajudar nas etapas deste trabalho.

SUMÁRIO

1 Artigo em Português	7
Página título	7
Resumo	8
Introdução	9
Materiais e Métodos	11
<i>Preparo dos dentes</i>	<i>11</i>
<i>Pré-tratamento do material restaurador indireto</i>	<i>12</i>
<i>Aplicação dos sistemas adesivos e cimentos resinosos</i>	<i>12</i>
<i>Teste de resistência de união à microtração</i>	<i>15</i>
<i>Análise do modo de fratura</i>	<i>15</i>
<i>Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)</i>	<i>15</i>
Análise estatística dos dados	16
Resultados	16
Discussão	22
Conclusão	26
Referências	27
2 Artigo em Inglês	32
Title Page	32
Abstract	33
Introduction	34
Materials and Methods	36
<i>Preparation of the teeth</i>	<i>36</i>
<i>Pretreatment of the indirect restorative material</i>	<i>37</i>
<i>Bonding procedures</i>	<i>37</i>
<i>Microtensile bond strength testing</i>	<i>38</i>
<i>Failure mode analysis</i>	<i>39</i>
<i>Scanning Electron Microscopy (SEM)</i>	<i>41</i>
Statistical analysis of the data	41
Results	41
Discussion	47
Conclusion	51
References	51

Anexo A – Parecer do Comitê	56
Anexo B – Ilustrações de materiais e métodos.....	59
Anexo C – Comprovante da submissão do artigo (Journal of Dentistry).....	66
Anexo D – Análise estatística I	67
Anexo E – Análise estatística II.....	69

1 Artigo em Português

Página título

Título: Efeito de co-iniciador associado a sistemas adesivos sobre a resistência de união de cimentos resinosos duais à dentina.

Título Curto: Resistência de união à dentina de adesivos/cimentos resinosos associados a um co-iniciador.

Eduardo Monteiro Meda^a

^aPrograma de Pós-Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Escola de Ciências da Vida, Rua Imaculada Conceição 1155, Curitiba – PR – Brasil, 80215-901

Evelise Machado de Souza^b (Autor Correspondente)

^bPrograma de Pós-Graduação em Odontologia, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Escola de Ciências da Vida, Rua Imaculada Conceição 1155, Curitiba – PR – Brasil, 80215-901

Tel: +55 41 3271-1637; Fax: +55 41 3271-1405

E-mail: evelise.souza@pucpr.br

Resumo

Objetivo: Avaliar a resistência de união à dentina de um sistema adesivo simplificado convencional e um sistema adesivo universal com e sem a utilização de um co-iniciador (OPC) associados a dois diferentes cimentos resinosos duais.

Métodos: Sessenta terceiros molares humanos foram seccionados para exposição da dentina coronária e divididos aleatoriamente em 6 grupos (n=10). Sessenta blocos de resina indireta nanocerâmica (Lava Ultimate, 3M ESPE) foram seccionados, jateados com óxido de alumínio (50 µm) e silanizados. Os blocos foram cimentados às superfícies de dentina com diferentes combinações de sistema adesivo e cimento resinoso formando os seguintes grupos: SB2-ARC (Adper Single Bond 2 + RelyX ARC), SB2-RXU (Adper Single Bond 2 + RelyX Ultimate), SB2-OPC-RXU (Adper Single Bond 2 + OPC + RelyX Ultimate), SBU-RXU (Single Bond Universal + RelyX Ultimate), SBU-ARC (Single Bond Universal + RelyX ARC) e SBU-OPC-ARC (Single Bond Universal + OPC + RelyX ARC). A fotopolimerização foi realizada por 40 s em cada face (total de 200 s) sob carga de 1 kg. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias e seccionados para obtenção de microespécimes com área de 1,0 mm². Metade dos microespécimes foi levada para o teste de microtração na máquina de teste universal após 7 dias de armazenamento em água destilada a 37°C e a outra metade após 6 meses. O modo de fratura foi determinado no microscópio óptico (40×). Os dados foram submetidos à ANOVA a quatro critérios seguida do teste de Games Howell ($\alpha=5\%$).

Resultados: No período de 7 dias, o grupo SBU-RXU apresentou a maior média de resistência de união, porém com diferença estatisticamente significativa somente quando comparado ao grupo SBU-ARC ($p=0,000033$). Após 6 meses, não houve diferença significativa na resistência de união entre todos os grupos ($p>0,05$). Foi detectada redução significativa da resistência de união somente em SB2-OPC-RXU quando comparados os tempos de 7 dias e de 6 meses ($p=0,0184$).

Conclusões: O co-iniciador não foi capaz de fornecer uma união estável após 6 meses com a associação entre o adesivo convencional e o cimento livre de amina.

Significância Clínica: O co-iniciador apresentou efetividade somente com o cimento resinoso com amina utilizado com adesivo universal no modo autocondicionante na dentina.

Palavras-chave: Cimentação adesiva, Cimento resinoso dual, Co-iniciador, Sistema adesivo universal, Microtração.

Introdução

A cimentação adesiva é um procedimento tecnicamente sensível e complexo que envolve a utilização de vários passos clínicos para adequada união às estruturas dentárias por meio da aplicação de um sistema adesivo associado a um cimento resinoso [1]. Além da adesividade às estruturas dentárias, estes materiais devem apresentar adequada resistência à solubilidade, biocompatibilidade, boas características de manipulação e tempo de trabalho clinicamente aceitável [2].

Dependendo da distância entre o cimento resinoso e a fonte de luz e também devido às características próprias do material restaurador indireto, como cor e opacidade, a luz que atinge a camada de cimento resinoso pode ser atenuada ou totalmente bloqueada [3-5]. Além disso, a ativação da reação de polimerização é dependente do comprimento de onda e da irradiância da unidade fotopolimerizadora [6,7]. Portanto, a utilização de um co-iniciador, tornando o sistema adesivo dual, em conjunto com um cimento resinoso, também de dupla polimerização, pode ser uma necessidade para a cimentação de restaurações indiretas em áreas de ausência ou dificuldade de penetração de luz [8].

Enquanto uma parte da reação de dupla polimerização se inicia com a formação de radicais livres decorrentes da reação química entre o peróxido de benzoíla e a amina terciária, a outra parte fotoativada tem como principal limitação a dependência de fótons para excitação do fotoiniciador [9]. Apesar de também possuírem aminas terciárias alifáticas no sistema de iniciação para prolongar a duração de formação de radicais livres, essas não são inativadas pelos monômeros ácidos incorporados aos sistemas adesivos simplificados pelo fato de serem menos nucleofílicas [10,11].

Materiais resinosos autopolimerizáveis e duais que apresentam aminas básicas são incompatíveis com os monômeros acídicos utilizados nos sistemas adesivos simplificados convencionais e autocondicionantes [12]. A interação entre os monômeros e a amina terciária resulta no seu consumo, prejudicando a capacidade de gerar radicais livres para a reação de polimerização [13]. Para contornar essa situação, alguns sistemas autocondicionantes contêm co-iniciadores na sua composição, ou em soluções separadas para serem misturados antes da aplicação, permitindo o seu uso em procedimentos cimentantes. Tem sido reportado também que adesivos autocondicionantes de um passo agem como membranas permeáveis

permitindo difusão de água através da interface adesiva, tornando uma das causas de falhas prematuras na união entre materiais resinosos duais e a dentina [12,14].

Com a necessidade de tornar os sistemas adesivos cada vez mais simplificados e versáteis, uma nova categoria surgiu no mercado odontológico permitindo ao profissional escolher a estratégia adesiva e o número de passos para o tratamento do substrato dental. Os chamados sistemas adesivos “universais” ou “multi-modo” podem ser utilizados na forma convencional (*total-etch*), com o condicionamento ácido prévio do esmalte e da dentina, na forma de condicionamento ácido seletivo do esmalte, em que o esmalte é previamente condicionado mas a dentina recebe a aplicação direta do adesivo, e ainda no modo autocondicionante (*self-etch*), no qual os monômeros acídicos presentes na sua composição fazem o tratamento de ambos os substratos [15,16].

Os sistemas adesivos universais, além de apresentarem monômeros dimetacrilatos e monômeros funcionais acídicos, normalmente contêm solventes, partículas de carga e iniciadores. Algumas marcas possuem silano, permitindo a utilização também em procedimentos restauradores indiretos, como na cimentação de cerâmicas, zircônia, resinas indiretas e metais [17,18].

O sistema adesivo universal Single Bond Universal (3M ESPE) apresenta um co-iniciador Single Bond Universal OPC (Otimizador para Cimentação no Brasil) a base de sulfinato de tolueno de sódio e etanol para ser misturado ao adesivo antes da sua aplicação na estrutura dental. Porém, o fabricante não recomenda a sua utilização quando a cimentação for realizada com o cimento resinoso dual RelyX Ultimate. Isto porque este cimento foi desenvolvido com um sistema de oxi-redução formado pelo persulfato de sódio e ter-butil peróxido trimetilhexanoato para suprir as interações adversas entre o sistema adesivo e o cimento resinoso na forma dual ou quimicamente ativado e, que apresentam a reação entre amina terciária e peróxido de benzoíla. A razão é que o cimento já apresenta um ativador e este se co-polimeriza quando em contato com o adesivo universal, eliminando a necessidade de utilização de ativadores adicionais (informação do fabricante – 3M ESPE).

A efetividade dos adesivos duais na cimentação de restaurações indiretas e pinos tem sido amplamente investigada na literatura. Um estudo demonstrou que a resistência de união dos adesivos fotoativados foi superior àqueles de polimerização dual uma vez que, quando o adesivo e o co-iniciador são misturados, a concentração de fotoiniciador e de monômeros funcionais é reduzida resultando em

comprometimento do grau de conversão e também da capacidade de união à dentina [8]. Por outro lado, a resistência de união de adesivos de polimerização dual pode ser mais uniforme em diferentes partes da estrutura dental onde a luz é atenuada [19]. Desta forma, o efeito de um co-iniciador na efetividade da associação de adesivos simplificados com cimentos resinosos duais ainda precisa ser melhor investigada.

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união à dentina de um sistema adesivo simplificado convencional e um sistema adesivo universal com e sem a utilização de um co-iniciador associados a dois diferentes cimentos resinosos duais. As hipóteses a serem testadas são de: (1) não haverá diferença na resistência de união à dentina entre os sistemas adesivos/cimentos resinosos duais com e sem a utilização de um co-iniciador e, (2) não haverá diferença na resistência de união entre os grupos avaliados após 7 dias e 6 meses de armazenamento em água.

Materiais e Métodos

Sessenta terceiros molares humanos hígidos permanentes foram obtidos no Banco de Dentes da Pontifícia Universidade Católica do Paraná após aprovação no Comitê de Ética em Pesquisa da Pontifícia Universidade Católica do Paraná sob o parecer 759.419. Os dentes permaneceram armazenados em cloramina T 0,5% a uma temperatura de 4°C por um tempo máximo de 6 meses após a extração.

Preparo dos dentes

Os dentes foram seccionados perpendicularmente ao longo eixo no terço médio da coroa dentária em uma máquina de corte de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Buff, IL, EUA) com um disco diamantado (Extec Corp., Enfield, CT, EUA) sob irrigação com água, para exposição da dentina coronária.

As superfícies de dentina expostas foram polidas manualmente a úmido com lixas de SiC # 600 (3M do Brasil Ltda., Sumaré, SP, Brasil) por 30 s e depois lavadas em água corrente por 60 s. Este procedimento visa criar uma lama dentinária padronizada sobre a superfície dentinária previamente à aplicação dos sistemas adesivos e, respectivos cimentos resinosos.

Em seguida, os espécimes foram secos com um leve jato de ar indireto por 3 s, de modo a deixar a superfície levemente brilhante.

Os dentes foram distribuídos em 6 grupos (n=10) de acordo com os sistemas adesivos/cimentos resinosos (Tabela 1). Os materiais utilizados no estudo, sua composição e modo de aplicação estão descritos na Tabela 2.

Tabela 1. Descrição dos grupos experimentais avaliados no estudo.

Grupos	Sistema Adesivo	Co-iniciador	Cimento Resinoso
SB2 - ARC	Adper Single Bond 2	Sem	RelyX ARC
SB2 - RXU	Adper Single Bond 2	Sem	RelyX Ultimate
SB2 - OPC - RXU	Adper Single Bond 2	Com	RelyX Ultimate
SBU - RXU	Single Bond Universal	Sem	RelyX Ultimate
SBU - ARC	Single Bond Universal	Sem	RelyX ARC
SBU - OPC - ARC	Single Bond Universal	Com	RelyX ARC

Pré-tratamento do material restaurador indireto

Blocos de material restaurador resinoso nanocerâmico (Lava Ultimate A2-HT, 3M ESPE, St. Paul, MN) foram seccionados com um disco diamantado em cortadeira de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Buff, IL, EUA) para obtenção de espécimes com 12 mm x 12 mm com 3 mm de espessura. A superfície de topo de cada fatia foi jateada com partículas de óxido de alumínio de 50 µm (Bio-art, São Carlos, SP, Brasil) com pressão de 2 bar durante 10 s, seguido de limpeza com água destilada em banho de ultrassom por 10 min. Uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, MN) foi aplicada por 1 min, seca com leve jato de ar por 5s.

Aplicação dos sistemas adesivos e cimentos resinosos

A aplicação do sistema adesivo convencional Adper Single Bond 2 foi precedido de condicionamento com ácido fosfórico a 32% por 30 s em esmalte e 15 s na superfície da dentina. O gel condicionador foi lavado com jato de água por 30 s e, em seguida, o excesso de umidade foi removido com o auxílio de papel absorvente. O sistema adesivo foi aplicado em uma camada com um microaplicador descartável (Microbrush, Coltene Whaledent, Inc., Altstätten, Suíça) de maneira ativa por 15 s e um leve jato de ar foi aplicado por 5 s para a evaporação do solvente.

A aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal sobre os dentes preparados foi realizada pelo modo de condicionamento ácido seletivo em esmalte e autocondicionante em dentina. Este procedimento foi realizado com condicionamento com ácido fosfórico a 32% por 30 s, rinsagem com jato de água por 30 s e remoção de excesso de água com papel absorvente. Na dentina (e esmalte), o sistema adesivo foi aplicado em uma camada de maneira ativa durante 20 s com auxílio de um microaplicador (Microbrush, Coltene Whaledent, Inc., Altstätten, Suíça) seguido de um leve jato de ar durante 5 s, ou até que o líquido não se movesse mais sobre a superfície.

Para os grupos onde o co-iniciador foi utilizado, uma gota do mesmo foi misturada a uma gota do respectivo sistema adesivo (Adper Single Bond 2 ou Single Bond Universal) durante 5 s. Em seguida, a mistura foi aplicada à dentina preparada conforme já descrito anteriormente.

Os cimentos resinosos foram manipulados de acordo com as recomendações do fabricante e aplicados sobre a superfície do bloco resinoso nanocerâmico que foi posicionado sobre a dentina tratada utilizando um dispositivo com uma carga estável de 1kg durante 1 min [20,21]. Uma unidade fotopolimerizadora a base de LED (Elipar Freelight 2, 3M ESPE, St. Paul, MN), com aproximadamente 700 mW/cm² de irradiância, foi acionada por um tempo 40 s em cada face lateral do espécime e por mais 40 s no topo após a retirada da carga, totalizando 200 s. Após este tempo, os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 7 dias.

Tabela 2. Nome comercial, composição química e modo de aplicação dos materiais utilizados no estudo.

MATERIAL Nome comercial Fabricante (Lote de Fabricação)	COMPOSIÇÃO*	MODO DE APLICAÇÃO*
Adper Single Bond 2 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (N456049)	Bis-GMA e diuretanometacrilato, HEMA, copolímero do ácido acrílico e ácido itacônico, partículas de sílica coloidal silanizadas, etanol, água, fotoiniciador.	Condicionamento com ácido fosfórico a 32% por 30s em esmalte e 15s em dentina e rinsagem com água. Secagem com papel absorvente mantendo dentina úmida. Aplicação de 1 camada ativamente do adesivo na superfície dentária por 15 s; leve jato de ar por 5 s.
Single Bond Universal 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (595105)	Bis-GMA, 10-MDP, resinas dimetacrilato, HEMA, copolímero do ácido ácido acrílico e ácido itacônico, sílica tratada com silano, etanol, água, iniciadores, silano .	Condicionamento com ácido fosfórico a 32% por 30s em esmalte e rinsagem com água deixando a dentina levemente úmida. Aplicação de 1 camada ativamente do adesivo na superfície dentária por 20 s; leve jato de ar por 5 s.
OPC (DCA) 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (509461)	Sulfinato tolueno de sódio e etanol	Mistura de uma gota do co-iniciador com uma gota do Single Bond Universal por 5 s e aplicação ativa na superfície dentária por 20 s; leve jato de ar por 5 s para evaporação do solvente.
RelyX Primer Ceramic 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (N561569)	Metacríloxipropil trimetoxisilano, Etanol e água	Aplicação sobre a resina nanocerâmica durante 1 min e secagem com jato de ar por 5 s.
RelyX ARC 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (N545532)	Bis-GMA, TEGDMA, pigmentos, iniciadores, sílica e zircônia	Mistura de quantidades iguais (02 clicks) e espatulação do cimento por 20 s.
RelyX Ultimate 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (601450)	Pasta base: pó de vidro tratado com silano, 2-Propanóico, 2-metil-, 1,1-(1-(hidroximetil)-1,2- etanodiloester, produtos de reação com 2-hidroxi-1,3-propanodiol dimetacrilato e óxido de fósforo, TEGDMA, sílica tratada com silano, fibra de vidro, persulfato de sódio e Per-3,5,5-trimetil-hexanoato t-butila. Pasta catalisadora: Pó de vidro tratado com silano; dimetacrilato; sílica tratada com silano; 1-benzil-5-fenil-ácido barbitúrico, sal de cálcio; P-Toluenosulfonato de sódio; 1,12-dodecano dimetacrilato; hidróxido de cálcio; 2-ácido propiônico, 2-metil-, (3-metóxiopropil)imina) di-2,1-etanodil éster e dióxido de titânio.	Mistura de quantidades iguais (02 clicks) e espatulação do cimento por 20 s.
Lava Ultimate 3M/ESPE, St. Paul, MN, EUA (N538333)	Fase inorgânica: nanopartículas de sílica e zircônia que representa aproximadamente 80% em peso. Fase orgânica: UDMA e Bis-EMA cerca de 20% em peso do material	Jateamento com jato de óxido de alumínio por 10 s e banho em ultrassom por 10 min. Aplicação de RelyX Primer Ceramic por 1 min e secagem com jato de ar por 5 s.

Bis-GMA - Bisfenol A diglicidil metacrilato, HEMA - 2-hidroxietil metacrilato, TEGDMA - Trietilen glicol dimetacrilato, Bis-EMA - Bisfenol A polietileno glicol dimetacrilato, 10MDP- 10-metacriloiloxidecila dihidrogênio fosfato, UDMA uretano dimetil metacrilato. *Dados fornecidos pelos fabricantes

Teste de resistência de união à microtração

Após o armazenamento, os espécimes foram seccionados nos eixos x e y com um disco de corte diamantado (Extec Corp., Enfield, CT, EUA) em máquina de corte de precisão (Isomet 1000, Buehler, Lake Buff, IL, EUA) para a obtenção de microespécimes em forma de palito com área transversal de 1,0 mm². Uma quantidade de 9 a 10 palitos por dente foram obtidos durante a realização dos cortes. Metade dos microespécimes foi submetida ao teste de resistência à microtração imediatamente e a outra metade foi armazenada em água destilada a 37°C por 6 meses.

A espessura da interface adesiva foi medida com o auxílio de um paquímetro digital (Absolute Digimatic Caliper, Mitutoyo Corp., Kawasaki, Japão) para o cálculo da área de cada espécime. Os espécimes foram fixados em um dispositivo de microtração (OD03d, Odeme Biotechnology Ltd., Joaçaba, SC, Brasil) utilizando uma cola a base de cianoacrilato (Adesivo Gel 454, Henkel Loctite, Diadema SP, Brasil). O teste de resistência de união à microtração foi realizado em máquina de teste universal (Instron/EMIC DL2000, São José dos Pinhais, PR, Brasil) a uma velocidade de 0,5 mm/min com célula de carga de 50 N. Os registros dos valores obtidos em Kgf foram transformados em MPa, considerando a área de cada espécime.

Análise do modo de fratura

O modo de fratura de cada espécime foi determinado no microscópio óptico com aumento de 40× (Olympus BX60, Olympus Corp., Tóquio, Japão) e classificados de acordo com as estruturas envolvidas em: falha coesiva na dentina, falha coesiva no compósito nanocerâmico, falha coesiva no cimento, falha adesiva entre a dentina e o cimento, falha adesiva entre o cimento e o compósito nanocerâmico e falha mista (mais de duas estruturas envolvidas).

Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV)

As falhas mais representativas de cada grupo foram selecionadas para uma análise em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os espécimes selecionados foram limpos em um banho de ultrassom com água destilada por 15 minutos e

mantidos em dessecador à vácuo com sílica durante 7 dias. Os espécimes foram metalizados com liga de Au-Pd e observados em microscópio eletrônico de varredura com ampliações de 300× e 1500× (Vega 3, Tescan Orsay Holding, Brno, República Tcheca).

Análise estatística dos dados

Cada dente foi considerado uma unidade amostral ($n=10$) e os espécimes de um mesmo dente que foram testados após 7 dias e 6 meses deram origem a um valor médio que foi usado para a obtenção da média do grupo. Um modelo fatorial incompleto foi empregado no estudo. Os dados obtidos foram analisados quanto à normalidade de distribuição pelo teste de Kolmogorov-Smirnov e homogeneidade de variâncias pelo Teste de Levene. Análise de Variância a quatro critérios (sistema adesivo, co-iniciador, cimento resinoso e tempo) foi realizada, seguida de testes de comparações múltiplas de Tukey e Games-Howell para cada possível comparação. Todos os testes foram realizados com nível de significância de 5%. Os dados foram analisados no software estatístico SPSS 24.0 (IBM Software, Nova Iorque, NY).

Resultados

Os valores médios e desvios-padrão, bem como o número de espécimes testados e de falhas pré-teste para cada grupo estão apresentados na Tabela 3 e Figura 1.

Foram encontradas diferenças significantes para os fatores “cimento resinoso” ($p=0,0033$) e “tempo” ($p=0,0000$) e interações significantes quando esses dois fatores estiveram presentes ($p<0,05$).

Na avaliação de 7 dias, o grupo SBU-RXU apresentou a maior média de resistência de união, porém sem diferenças significantes quando comparado aos demais grupos, com exceção do grupo SBU-ARC ($p=0,000033$). Já após 6 meses, não houve diferença significativa na resistência de união entre todos os grupos ($p>0,05$). A única redução de resistência de união estatisticamente significativa quando comparados os tempos de 7 dias e de 6 meses foi encontrada no grupo SB2-OPC-RXU ($p=0,0184$).

Falhas pré-teste somente ocorreram após o período de 6 meses em todos os grupos, exceto no grupo SB2-OPC-RXU. Quando este tipo de falha ocorreu, foi atribuído valor zero àquele microespécime no momento do cálculo da média para o dente em questão.

As frequências de distribuição dos modos de fratura em porcentagem relativa ao número de espécimes para cada tempo (7 dias e 6 meses) estão apresentadas nas Figuras 2 e 3. O tipo de fratura mais frequente em todos os grupos e em ambos os tempos foi a fratura mista, falha em que mais de duas estruturas estão envolvidas. Após 6 meses de armazenamento, as falhas adesivas entre o cimento e a dentina e também as falhas coesivas no cimento foram encontradas com maior frequência do que no período após 7 dias. As Figuras 4 a 9 apresentam imagens obtidas em microscópio eletrônico de varredura com espécimes de cada grupo do estudo com diferentes tipos de falhas.

Tabela 3. Valores médios (desvios-padrão) de resistência de união à microtração em MPa, número de espécimes testados (n) e de falhas pré-teste (fpt) dos grupos avaliados após 7 dias e 6 meses de armazenamento.

Grupos	7 dias			6 meses		
	Média	± D.P.	n/fpt	Média	± D.P.	n/fpt
SB2 - ARC	19,07	± 8,25 a	50/0	14,28	± 6,51 a	43/2
SB2 - RXU	18,52	± 11,06 ab	50/0	16,46	± 8,17 a	45/3
SB2 - OPC - RXU	19,42	± 10,37 a	50/0	12,78	± 7,33 a*	50/0
SBU - RXU	23,12	± 10,94 a	50/0	16,76	± 7,20 a	42/1
SBU - ARC	13,35	± 6,32 b	50/0	12,98	± 8,28 a	41/6
SBU - OPC - ARC	19,67	± 10,19 a	50/0	15,40	± 8,90 a	43/2

Grupos conectados pelas mesmas letras não apresentam diferenças estatisticamente significantes em coluna ($p < 0,05$). * Diferença significativa entre os tempos de 7 dias e 6 meses no mesmo grupo ($p < 0,05$).

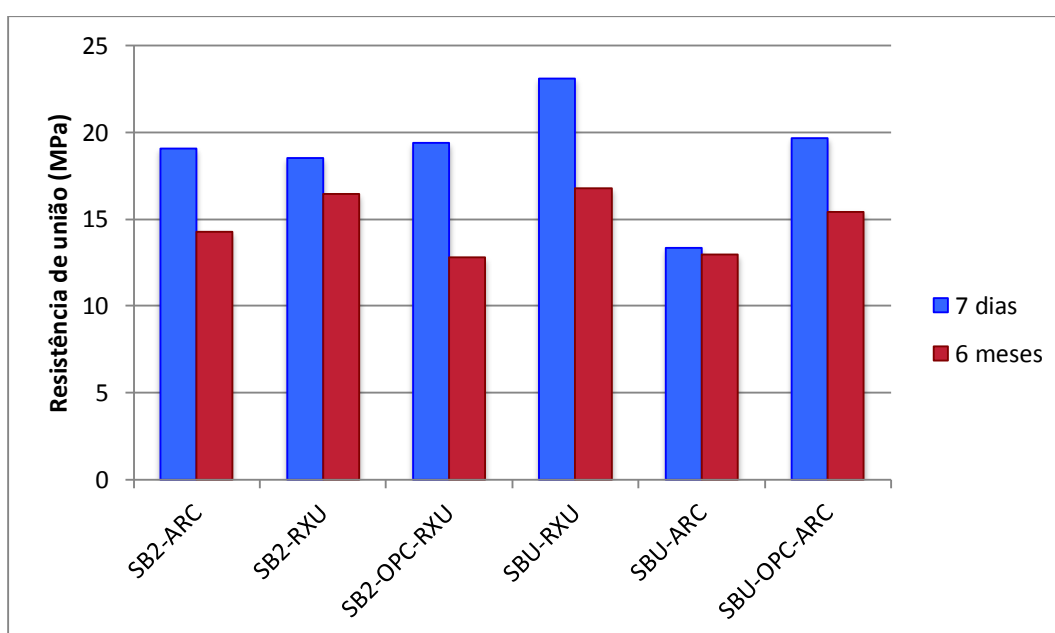


Fig. 1. Representação dos valores médios de resistência de união à microtração dos grupos avaliados nos tempos de 7 dias e 6 meses.

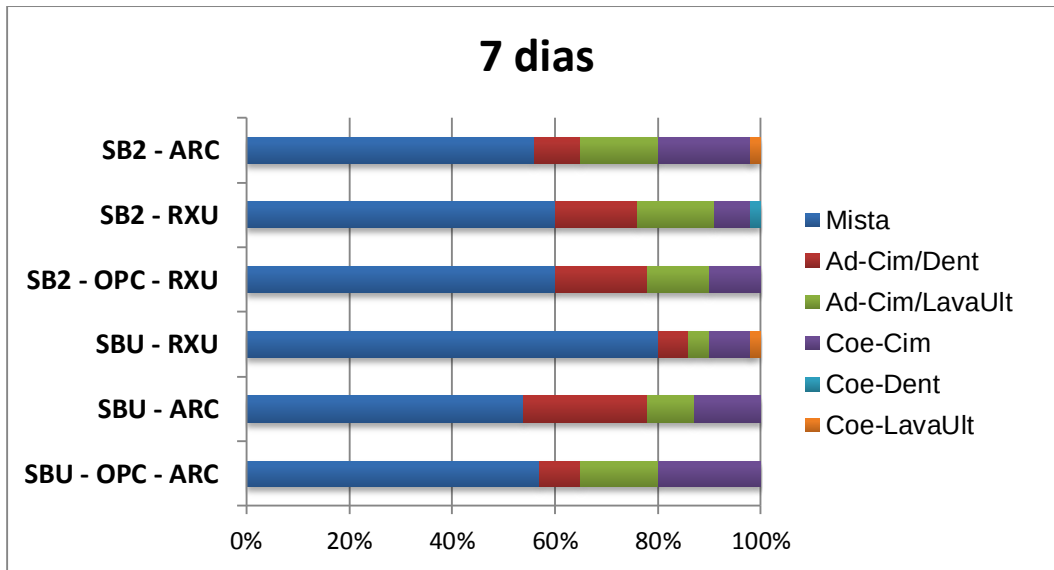


Fig. 2. Frequência de distribuição dos modos de falhas (%) dos grupos avaliados após 7 dias.

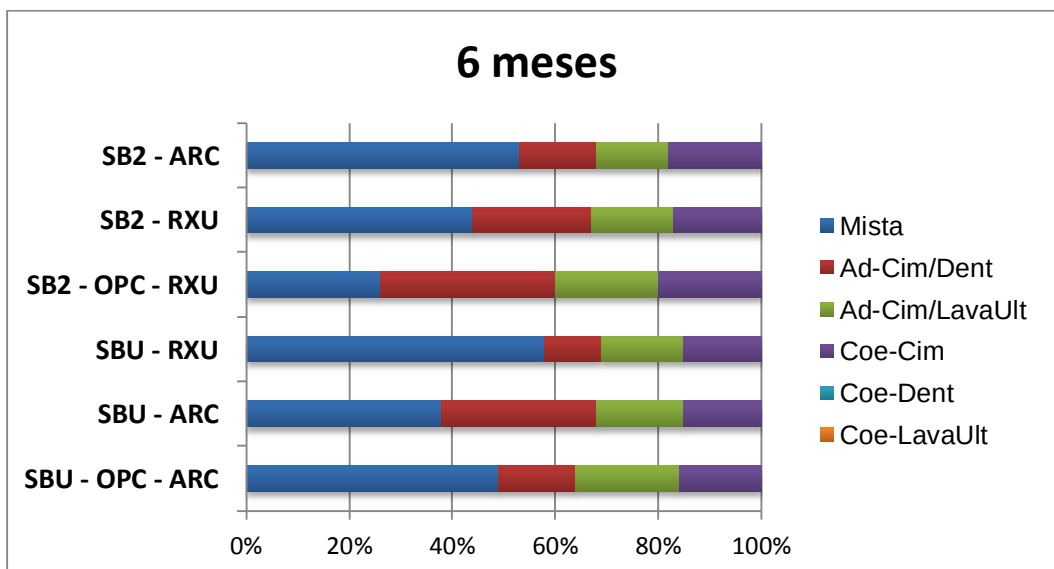


Fig. 3. Frequência de distribuição dos modos de falhas (%) dos grupos avaliados após 6 meses.

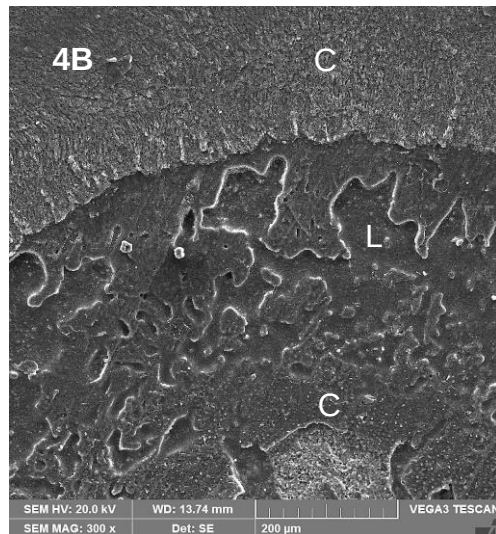
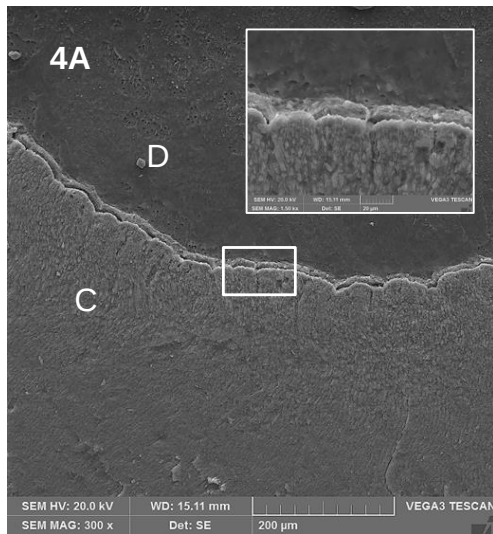


Fig. 4A. Espécime do grupo SB2-ARC com fratura mista mostrando exposição da dentina (D) e do cimento (C) após 7 dias. **Fig. 4B.** Contraparte do mesmo espécime mostrando cimento (C) sobre a superfície do compósito nanocerâmico (L).

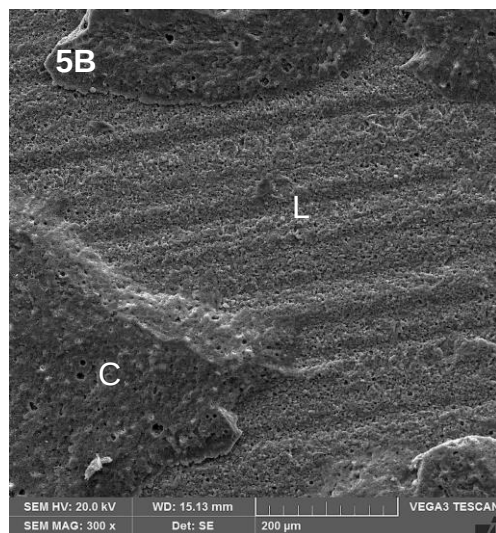
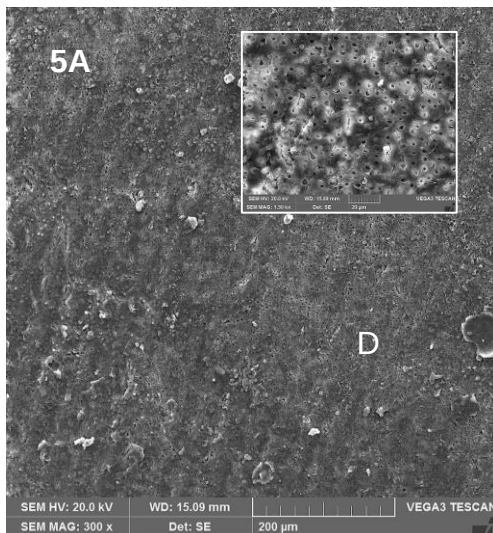


Fig. 5A. Espécime do grupo SB2-RXU com fratura mista mostrando exposição da dentina (D) após 7 dias. **Fig. 5B.** Contraparte do mesmo espécime mostrando a superfície do compósito nanocerâmico (L) e cimento (C).

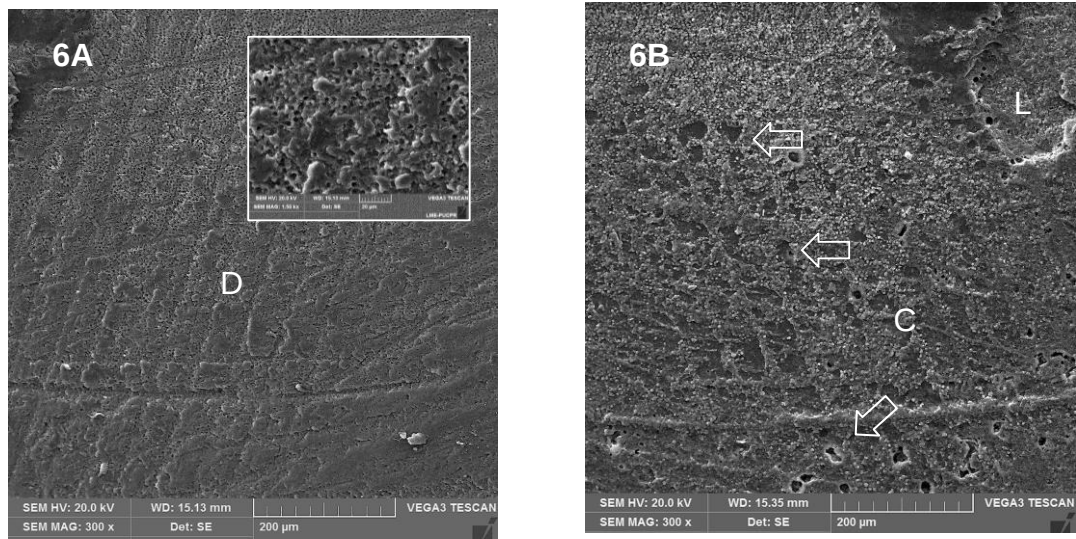


Fig. 6A. Espécime do grupo SB2-OPC-RXU com fratura adesiva mostrando exposição da dentina (D) após 6 meses. **Fig. 6B.** Contraparte do mesmo espécime mostrando porosidades e bolhas (setas) na camada de cimento (C) e partes de exposição do compósito nanocerâmico (L).

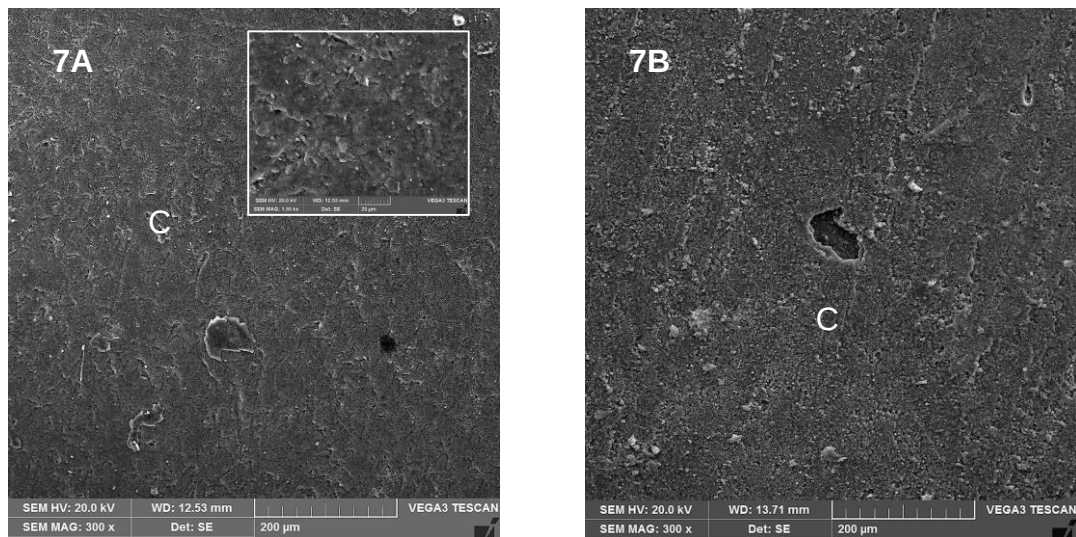


Fig. 7A. Espécime do grupo SBU-RXU com fratura coesiva na camada de cimento (C) após 6 meses. **Fig. 7B.** Contraparte do mesmo espécime com a superfície do compósito nanocerâmico coberta com cimento resinoso (C).

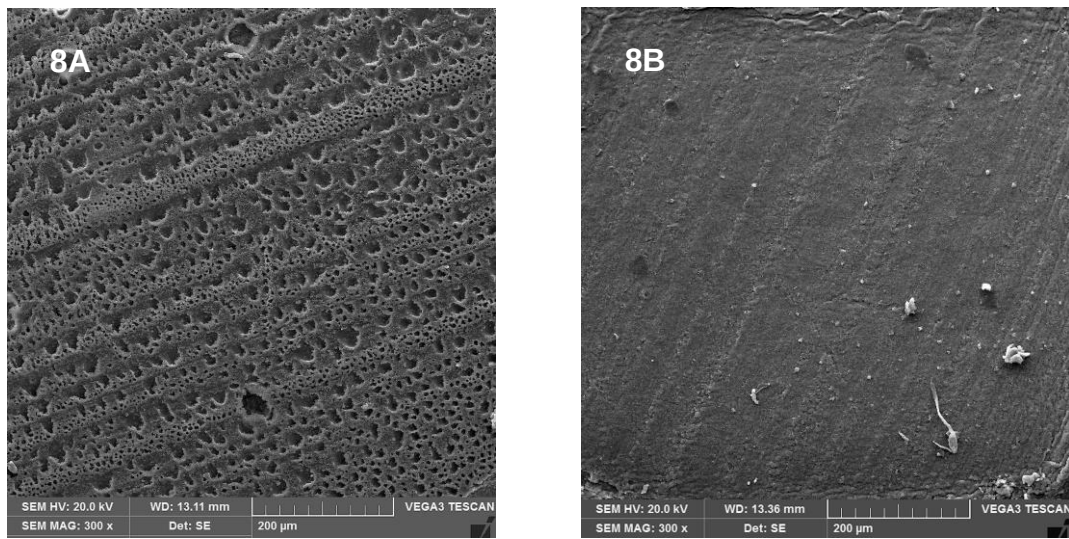


Fig. 8A. Espécime do grupo SBU-ARC com fratura adesiva mostrando a presença de bolhas e porosidades na interface adesiva após 7 dias. **Fig. 8B.** Contraparte do mesmo espécime com a superfície do compósito nanocerâmico livre de cimento resinoso.

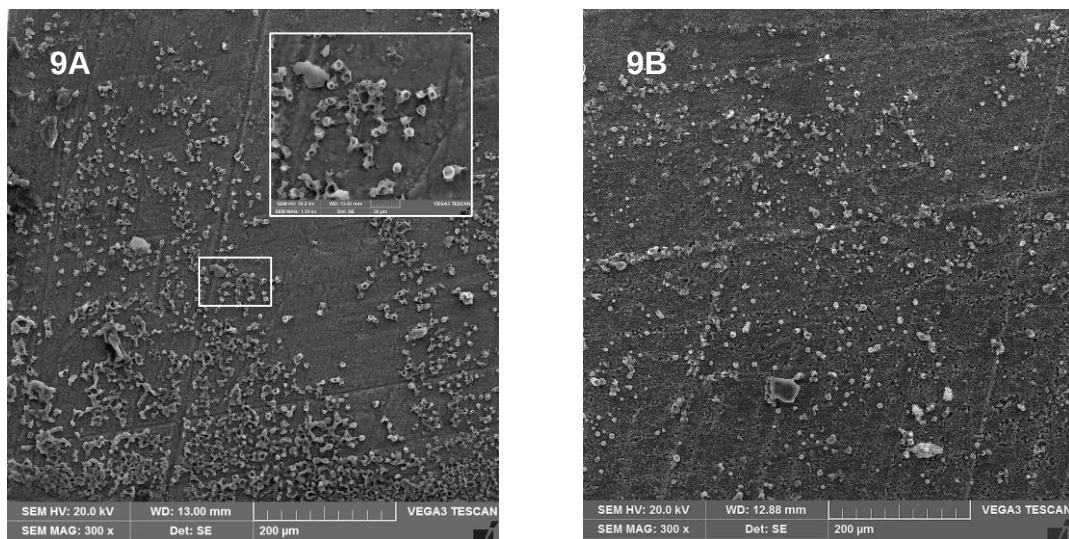


Fig. 9A. Espécime do grupo SBU-OPC-ARC com fratura adesiva mostrando a presença de bolhas sobre a superfície da dentina intacta (D) após 7 dias. **Fig. 9B.** Contraparte do mesmo espécime com a superfície do compósito nanocerâmico com resíduos de cimento resinoso.

Discussão

O presente estudo teve por finalidade avaliar a efetividade da utilização de um co-iniciador associado a um adesivo simplificado convencional e um sistema adesivo universal associados a dois diferentes cimentos resinosos, sendo um deles baseado em um novo sistema de oxi-redução e livre de amina terciária. Dois grupos foram definidos seguindo as indicações clássicas do fabricante (SB2-ARC, SBU-RXU)

enquanto os demais grupos foram determinados com o uso ou não de um co-iniciador no cruzamento entre os sistemas adesivos e cimentos resinosos. As combinações clássicas não receberam o uso de co-iniciador, já que o fabricante não recomenda este passo adicional.

Ambas as hipóteses formuladas para o estudo foram rejeitadas uma vez que foram encontradas diferenças na resistência de união à dentina entre os grupos avaliados no período de 7 dias e, houve diferença para um grupo na comparação entre os valores obtidos após 7 dias e 6 meses de armazenamento em água.

O sistema adesivo universal foi utilizado na forma autocondicionante em dentina. A união dos sistemas adesivos autocondicionantes é baseado em dois mecanismos: embricamento micromecânico dos monômeros nos espaços interfibrilares e interação química entre os monômeros funcionais acídicos e a hidroxiapatita [22]. Com esta abordagem, o procedimento adesivo é menos crítico e mais rápido por não envolver o controle da umidade, como ocorre com as técnicas que preconizam a aplicação do condicionamento ácido prévio [23]. O adesivo universal Single Bond Universal tem na sua composição o monômero funcional 10-MDP que promove uma interação química com o cálcio da estrutura dental formando um sal estável, o monofosfato de cálcio [24,25]. O 10-MDP apresenta uma longa cadeia de carbonos, o que lhe confere um aspecto hidrófobo e aumenta a sua estabilidade hidrolítica [26]. O MDP contido na formulação do adesivo forma uma nanocamada na área de união e estabelece valores de resistência de união superiores [27]. Estudos recentes têm demonstrado superioridade de resistência de união do Single Bond Universal quando utilizado com uma abordagem autocondicionante em dentina [28-30].

No presente estudo, a resistência de união do adesivo universal utilizado com o cimento resinoso RelyX Ultimate (SBU-RXU) não foi diferente da encontrada com o sistema adesivo convencional utilizado com condicionamento total associado ao cimento resinoso RelyX ARC (SB2-ARC), ambas abordagens clássicas recomendadas pelo fabricante. Porém, quando o adesivo Single Bond Universal foi associado ao cimento RelyX ARC (SBU-ARC) e o adesivo Adper Single Bond 2 foi associado ao cimento RelyX Ultimate (SB2-RXU), ambos sem co-iniciador, a resistência de união foi reduzida. As médias mais baixas obtidas com a associação do Single Bond Universal com RelyX ARC no período de 7 dias podem estar relacionadas à interação entre os monômeros ácidos do adesivo universal e as aminas

terciárias básicas do cimento resinoso RelyX ARC [12,31]. Essa interação pode provocar o consumo de amina terciária reduzindo a taxa e extensão da reação de polimerização, além de falhas prematuras de união à dentina, como já reportado em estudos anteriores [14,32].

O cimento RelyX Ultimate é um cimento resinoso de dupla ativação desenvolvido com um novo sistema de oxi-redução contendo na pasta base o persulfato de sódio e ter-butil peróxido trimetilhexanoato, e na pasta catalisadora um ativador P-toluenosulfonato de sódio. Essa inovação veio para suprir as interações adversas entre sistemas adesivos e cimentos resinosos de polimerização química ou dual que utilizam amina terciária como ativador e peróxido de benzoíla como iniciador da reação química. Considerando as médias agrupadas para o fator cimento, o RelyX Ultimate demonstrou superioridade de resistência de união quando comparado ao cimento RelyX ARC na análise de variância do presente estudo. Porém, quando analisados separadamente, os grupos onde o cimento RelyX Ultimate foi utilizado apresentaram resultados semelhantes, independente do sistema adesivo e da presença do co-iniciador.

O adesivo Single Bond Universal usado em uma abordagem autocondicionante em dentina e em associação com RelyX Ultimate (SBU-RXU) pode ser considerado mais favorável para procedimentos de cimentação, uma vez que combina a baixa sensibilidade de técnica com a eficácia de união promovida pelo monômero MDP, além de não necessitar de um co-iniciador para a efetividade de polimerização. A presença do ativador no cimento RelyX Ultimate quando em contato com o adesivo Single Bond Universal promove adequada polimerização do adesivo. Estudos recentes têm demonstrado a efetividade dessa associação, superando outros sistemas de cimentação [20,21,33-37].

A efetividade de co-iniciadores na polimerização dual de sistemas adesivos para a cimentação é uma preocupação que vem sendo explorada na literatura na última década [3,11,13,19, 38-42]. A reação de co-iniciadores com os monômeros resinosos ácidos, além de aumentar teoricamente a conversão destes, produz radicais livres fenil ou sulfonil benzeno que funcionam como iniciadores da reação química de polimerização do compósito [10]. A composição química da maioria dos co-iniciadores consiste de sais misturados em solventes orgânicos, como acetona ou etanol, e são apresentados em frascos únicos. Os sais co-iniciadores podem também ser impregnados em aplicadores específicos fornecidos pelo fabricante, de modo a não

necessitarem de solventes orgânicos para atuarem como veículo [39]. O co-iniciador aqui utilizado se apresenta em um frasco único denominado de OPC (DCA, nos EUA) composto por sulfinato tolueno de sódio, um sal derivado do ácido sulfínico, e tem como solvente o etanol. Alguns estudos [13,36,43,44], mostram uma eficiência limitada de co-iniciadores no grau de conversão de adesivos quando ativados quimicamente e afirmam que a eficiência de polimerização dual é altamente dependente do sistema adesivo utilizado [39,40]. Além disso, o teor mais elevado de monômeros ácidos na camada adesiva não completamente polimerizada pode interferir com a amina presente no sistema de polimerização química resultando possivelmente em menos amina disponível para participar do processo de polimerização, mesmo quando co-iniciadores são utilizados [39]. Além disso, a mistura do adesivo com o co-iniciador pode criar uma solução com uma elevada concentração de solventes orgânicos resultando em comprometimento do grau de conversão [8].

O Single Bond Universal é considerado um adesivo autocondicionante suave com pH de 2,7 que [25,45], depois da adição do co-iniciador OPC, atinge o pH de 2,9 [46]. De acordo com a recomendação do fabricante, o co-iniciador (pH = 7) foi desenvolvido para a utilização com o Single Bond Universal para otimizar a copolimerização com cimentos resinosos químicos e duais. De fato, os resultados aqui obtidos demonstraram um aumento significativo da resistência de união quando o co-iniciador foi utilizado na associação entre o adesivo universal e o cimento dual RelyX ARC (SBU-OPC-ARC) comparado a mesma combinação sem co-iniciador (SBU-ARC). Já o grupo em que Adper Single Bond 2 com co-iniciador foi utilizado em conjunto com o RelyX Ultimate (SB2-OPC-RXU) teve a finalidade de testar se a utilização do co-iniciador melhoraria o desempenho do sistema adesivo convencional simplificado associado ao cimento resinoso livre de amina. Porém, apesar de ter apresentado resultados semelhantes a sua contraparte sem co-iniciador (SB2-RXU) após 7 dias, aquele grupo apresentou uma redução significativa de resistência de união após um período de 6 meses. Essa queda de rendimento pode estar relacionada a um aumento na concentração de solvente residual na interface, o que pode ter ocasionado a diluição dos monômeros funcionais e comprometimento da união com o tempo [47].

Ao observar o padrão de fratura após os ensaios de microtração nota-se um grande número de falhas mistas em todos os grupos. Os espécimes avaliados após 6 meses apresentaram um aumento no número de falhas na interface adesiva

cimento/dentina possivelmente devido à degradação da interface adesiva após longo período de armazenamento em água [47-49].

A presença de bolhas na camada de cimento RelyX Ultimate quando associado ao adesivo Adper Singlebond 2 e ao co-iniciador evidenciado nas figuras 6 A e 6 B comprovam que a alta quantidade de solventes pode enfraquecer substancialmente as propriedades físicas do compósito [50].

A polimerização do sistema adesivo exerce um papel fundamental sobre a resistência de união de restaurações indiretas. Para os cimentos de dupla polimerização, a fotoativação promove a fixação inicial da restauração, e a ativação química garante a polimerização total, sendo particularmente importante em regiões profundas e em restaurações de alta opacidade, casos em que a luz do fotopolimerizador não incide no material cimentante adequadamente [32]. No presente estudo, os blocos de resina nanocerâmica com espessura média de 3mm certamente atenuaram a passagem de luz [20,21,35]. Porém, essa atenuação foi provavelmente superada pelo tempo aumentado de fotoativação (200 s) e as cinco diferentes posições da fonte de luz nas superfícies dos espécimes. Além disso, a polimerização do sistema adesivo e do cimento resinoso foi realizada conjuntamente de acordo com a recomendação do fabricante. A justificativa seria a de evitar problemas de desadaptação das restaurações indiretas devido a uma película de adesivo mais espessa [51,52].

Apesar de estudos recentes mostrarem que a fotopolimerização separada do sistema adesivo antes da aplicação do cimento resinoso pode ser decisivo para a eficácia da adesão de restaurações indiretas à dentina [20,21], é importante ressaltar que esse procedimento só pode ser feito quando o adesivo apresentar uma espessura de película muito fina de modo que o ajuste da restauração não seja prejudicado.

Este estudo ressalta que a adequada seleção dos materiais a serem empregados em cimentações adesivas deve ser baseada no conhecimento das suas características mecânicas, ópticas e biológicas, além da sua composição química, o que é fundamental para o sucesso clínico imediato e para a longevidade dos procedimentos restauradores indiretos.

Conclusão

De acordo com as limitações deste estudo *in vitro* pode-se concluir que:

- a utilização de co-iniciador foi efetiva no aumento da resistência de união apenas para a associação entre o sistema adesivo universal e o cimento convencional composto de amina;
- o co-iniciador não foi capaz de fornecer uma união estável após 6 meses com a associação entre o adesivo convencional e o cimento livre de amina.

Referências

- [1] E. Saskalauskaite, L.E. Tam, D. McComb, Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements, *J. Prosthodont.* 17 (2008) 262–268.
- [2] T.A. Pegoraro, N.R. da Silva, R.M. Carvalho, Cements for use in esthetic dentistry, *Dent. Clin. North Am.* 51 (2007) 453-471.
- [3] C.A. Arrais, F.A. Rueggeberg, J.L. Waller, M.F. de Goes, M. Giannini, Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems, *J. Dent.* 36 (2008) 418-426.
- [4] X. Meng, K. Yoshida, M. Atsuta, Influence of ceramic thickness on mechanical properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents, *Dent. Mater.* 24 (2008) 594-599.
- [5] T.A. Sulaiman, A.A. Abdulmajeed, T.E. Donovan, A.V. Ritter, L.V. Lassila, P.K. Vallittu, T.O. Närhi, Degree of conversion of dual-polymerizing cements light polymerized through monolithic zirconia of different thicknesses and types, *J. Prosthet. Dent.* 114 (2015) 103-108.
- [6] E. Asmussen, A. Peutzfeldt, Polymerization contraction of resin composite vs energy and power density of light-cure, *Eur. J. Oral Sci.* 113 (2005) 417-421.
- [7] E. Piva, L. Correr-Sobrinho, M.A. Sinhoreti, S. Consani, F.F. Demarco, J.M. Powers, Influence of energy density of different light sources on Knoop hardness of a dual-cured resin cement, *J. Appl. Oral Sci.* 16 (2008) 189-193.
- [8] R.M. Foxton, M. Nakajima, J. Tagami, H. Miura, Bonding of photo and dual- cure adhesives to root canal dentin, *Oper. Dent.* 28 (2003) 543-551.
- [9] U. Salz, J. Zimmermann, T. Salzer, Self-curing, self-etching adhesive cement systems, *J. Adhes. Dent.* 7 (2005) 7-17.
- [10] A.M. Shade, M.N. Wajdowicz, C.W. Bailey, K.S. Vandewalle, The effect of simplified adhesives on the bond strength to dentin of dual-cure resin cements, *Oper. Dent.* 39 (2014) 627-636.
- [11] B.I. Suh, L. Feng, D.H. Pashley, F.R. Tay, Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured

composites. Part III. Effect of acidic resin monomers, *J. Adhes. Dent.* 5 (2003) 267-282.

[12] F.R. Tay, D.H. Pashley, C.K.Y. Yiu, A.M. Sanares, S.W. Wei, Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etch adhesive, *J. Adhes. Dent.* 5 (2003) 27-40.

[13] S.C. Cavalcanti, M.T. de Oliveira, C.A. Arrais, M. Giannini, The effect of the presence and presentation mode of co-initiators on the microtensile bond strength of dual-cured adhesive systems used in indirect restorations, *Oper. Dent.* 33 (2008) 682-689.

[14] R.M. Carvalho, T.A. Pegoraro, F.R. Tay, L.F. Pegoraro, N.R. Silva, D.H. Pashley, Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine, *J. Dent.* 32 (2004) 55-65.

[15] M. Hanabusa, A. Mine, T. Kuboki, Y. Momoi, A. Van Ende, B. Van Meerbeek, J. De Munck, Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine, *J. Dent.* 40 (2012) 475-484.

[16] M.A. Muñoz, I. Luque, V. Hass, A. Reis, A.D. Loguercio, N.H.C. Bombarda, Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine, *J. Dent.* 41 (2013) 404-411.

[17] S. Flury, S.Z. Schmidt, A. Peutzfeldt, A. Lussi, Dentin bond strength of two resin-ceramic computer-aided design/computer-aided manufacturing (CAD/CAM) materials and five cements after six months storage, *Dent. Mater. J.* 35 (2016) 728-735.

[18] J. Perdigão, E.J. Swift Jr. Universal Adhesives, *J. Esthet. Restor. Dent.* 27 (2015) 331-334.

[19] S.F. Ebrahimi, N. Shadman, E.B. Nasery, F. Sadeghian, Effect of polymerization mode of two adhesive systems on push-out bond strength of fiber post to different regions of root canal dentin. *Dent. Res. J.* 11 (2014) 32-38.

[20] A.K. Lührs, J. De Munck, W. Geurtsen, B. Van Meerbeek, Composite cements benefit from light-curing, *Dent. Mater.* 30 (2014) 292-301.

[21] A.K. Lührs, P. Pongprueksa, J. De Munck, W. Geurtsen, B. Van Meerbeek, Curing mode affects bond strength of adhesively luted composite CAD/CAM restorations to dentin, *Dent. Mater.* 30 (2014) 281-289.

[22] M. Giannini, P. Makishi, A.P. Ayres, P.M. Vermelho, B.M. Fronza, T. Nikaido, J. Tagami, Self-etch adhesive systems: a literature review, *Braz. Dent. J.* 26 (2015) 3-10.

[23] B. Van Meerbeek, J. De Munck, D. Mattar, K. Van Landuyt, P. Lambrechts, Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment, *Oper. Dent.* 28 (2003) 647-660.

[24] Y. Yoshida, B. Van Meerbeek, Y. Nakayama, J. Snauwaert, L. Hellemans, P.

Lambrechts, G. Vanherle, K. Wakasa, Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces, *J. Dent. Res.* 79 (2000) 709-714.

[25] K. Yoshihara, Y. Yoshida, S. Hayakawa, N. Nagaoka, Y. Torii, A. Osaka, K. Suzuki, S. Minagi, B. Van Meerbeek, K.L. Van Landuyt, Self-etch monomer calcium salt deposition on dentin, *J. Dent. Res.* 90 (2011) 602-606.

[26] K.L. Van Landuyt, J. Snauwaert, J. De Munck, M. Peumans, Y. Yoshida, A. Poitevin, E. Coutinho, K. Suzuki, P. Lambrechts, B. Van Meerbeek, Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives, *Biomaterials* 28 (2007) 3757-3785.

[27] Y. Yoshida, K. Yoshihara, N. Nagaoka, S. Hayakawa, Y. Torii, T. Ogawa, Self-assembled nano-layering at the adhesive interface, *J. Dent. Res.* 91 (2012) 376-381.

[28] A. Sezinando, I. Luque-Martinez, M.A. Muñoz, A. Reis, A.D. Loguercio, J. Perdigão, Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives, *Dent. Mater.* 31 (2015) 236–246.

[29] A. Wagner, M. Wendler, A. Petschelt, R. Belli, U. Lohbauer, Bonding performance of universal adhesives in different etching modes, *J. Dent.* 42 (2014) 800–807.

[30] W.L. Rosa, E. Piva, A.F. Silva, Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis, *J. Dent.* 43 (2015) 765-776.

[31] A.M. Sanares, A. Itthagarun, N.M. King, F.R. Tay, D.H. Pashley, Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites, *Dent. Mater.* 17 (2001) 542-556.

[32] N. Hofmann, G. Papsthart, B. Hugo, B. Klaiber, Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness, *J. Oral Rehabil.* 28 (2001) 1022-1028.

[33] I. Cekiç-Nagas, G. Ergun, F. Egilmez, P.K. Vallittu, L.V. Lassila, Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials, *J. Prosthodont. Res.* 60 (2016) 265-273.

[34] N. Passia, M. Mitsias, F. Lehmann, M. Kern, Bond strength of a new generation of universal bonding systems to zirconia ceramic, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 62 (2016) 268-274.

[35] E.M. Souza, J. De Munck, P. Pongprueksa, A. Van Ende, B. Van Meerbeek, Correlative analysis of cement-dentin interfaces using an interfacial fracture toughness and micro-tensile bond strength approach, *Dent. Mater.* 32 (2016) 1575–1585.

[36] V. Vogl, K.A. Hiller, W. Buchalla, M. Federlin, G. Schmalz, Controlled, prospective, randomized, clinical split-mouth evaluation of partial ceramic crowns luted with a new, universal adhesive system/resin cement: results after 18 months, *Clin. Oral Investig.* 20 (2016) 2481-2492.

- [37] E. Yassini, M. Mirzaei, A. Alimi, M. Rahaeifard, Investigation of the fatigue behavior of adhesive bonding of the lithium disilicate glass ceramic with three resin cements using rotating fatigue method, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 61 (2016) 62-69.
- [38] C.A. Arrais, M. Giannini, F.A. Rueggeberg, Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation, *J. Dent.* 37 (2009) 219-227.
- [39] M.J. de Menezes, C.A. Arrais, M. Giannini, Influence of light-activated and auto- and dual-polymerizing adhesive systems on bond strength of indirect composite resin to dentin, *J. Prosthet. Dent.* 96 (2006) 115-121.
- [40] Y.K. Kim, J.N. Chun, P.C. Kwon, K.H. Kim, T.Y. Kwon, Polymerization kinetics of dual-curing adhesive systems when used solely or in conjunction with chemically-cured resin cement, *J. Adhes. Dent.* 15 (2013) 453-459.
- [41] N. Tanoue, Y. Koishi, M. Atsuta, H. Matsumura, Properties of dual-curable luting composites polymerized with single and dual curing modes, *J. Oral Rehabil.* 30 (2003) 1015-1021.
- [42] A. Vichi, M. Carrabba, C. Goracci, M. Ferrari, Extent of cement polymerization along dowel space as a function of the interaction between adhesive and cement in fiber post cementation, *J. Adhes. Dent.* 14 (2012) 51-57.
- [43] K. Ikemura, T. Endo, A review of our development of dental adhesives - Effects of radical polymerization initiators and adhesive monomers on adhesion, *Dent. Mater. J.* 29 (2010) 109-121.
- [44] A.L. Faria e Silva, D.S. Casselli, G.S. Lima, F.A. Ogliari, E. Piva, L.R. Martins, Kinetics of conversion of two dual-cured adhesive systems, *J. Endod.* 34 (2008) 1115-1118.
- [45] C. Chen, L.N. Niu, H. Xie, Z.Y. Zhang, L.Q. Zhou, K. Jiao, J.H. Chen, D.H. Pashley, F.R. Tay, Bonding of universal adhesives to dentine-Old wine in new bottles? *J. Dent.* 43 (2015) 525-536.
- [46] V. Miletic, P. Pongprueksa, J. De Munck, N.R. Brooks, B. Van Meerbeek, Monomer-to-polymer conversion and micro-tensile bond strength to dentine of experimental and commercial adhesives containing diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl) phosphine oxide or a camphorquinone/amine photo-initiator system, *J. Dent.* 41 (2013) 918-926.
- [47] A.F. Reis, M. Giannini, P.N. Pereira, Influence of water-storage time on the sorption and solubility behavior of current adhesives and primer/adhesive mixtures, *Oper. Dent.* 32 (2007) 53-59.
- [48] M. Hashimoto, H. Ohno, H. Sano, M. Kaga, H. Oguchi, Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures, *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.* 66 (2003) 324-330.

- [49] A.F. Reis, M.R. Carrilho, E. Ghaname, P.N. Pereira, M. Giannini, T. Nikaido, J. Tagami, Effects of water-storage on the physical and ultramorphological features of adhesives and primer/adhesive mixtures, *Dent. Mater. J.* 29 (2010) 697-705.
- [50] L. Boschian Pest, G. Cavalli, P. Bertani, M. Gagliani. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations, *Dent. Mater.* 18 (2002) 596-602.
- [51] R. Frankenberger, J. Sindel, N. Kramer, A. Petschelt, Dentin bond strength and marginal adaptation: direct composite resins vs ceramic inlays, *Oper. Dent.* 24 (1999) 147-155.
- [52] C. Takubo, G. Yasuda, R. Murayama, Y. Ogura, M. Tonegawa, H. Kurokawa, M. Miyazaki, Influence of power density and primer application on polymerization of dual-cured resin cements monitored by ultrasonic measurement, *Eur. J. Oral Sci.* 118 (2010) 417-422.

2 Artigo em Inglês

Title Page

Title: The effect of a co-initiator on the dentin bond strength of different combinations of adhesive systems and dual-cure resin cements

Short title: Dentin bond strength of adhesives/resin cements associated with a co-initiator

Eduardo Monteiro Meda^a

^aGraduate Program in Dentistry, School of Life Sciences, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, R. Imaculada Conceição, 1155, Curitiba, PR, Brazil. 80215-901

Evelise Machado de Souza^b

^bGraduate Program in Dentistry, School of Life Sciences, Pontifícia Universidade Católica do Paraná, R. Imaculada Conceição, 1155, Curitiba, PR, Brazil. 80215-901

Phone: +55 41 32711637, Fax: +55 41 3271-1405

E-mail: evelise.souza@pucpr.br

Abstract

Objective: To assess the dentin bond strength of an etch-and-rinse adhesive system and a universal adhesive system with and without a co-initiator (DCA) in conjunction with two resin cements.

Methods: Sixty resin nano-ceramic blocks (Lava Ultimate, 3M) were cemented to human dentin using different combinations of adhesive systems (with and without co-initiator) and resin cements (n=10): SBP-ARC (Adper Single Bond Plus + RelyX ARC), SBP-RXU (Adper Single Bond Plus + RelyX Ultimate), SBP-DCA-RXU (Adper Single Bond Plus + DCA + RelyX Ultimate), SBU-RXU (Scotchbond Universal + RelyX Ultimate), SBU-ARC (Scotchbond Universal + RelyX ARC) and SBU-DCA-ARC (Scotchbond Universal + DCA + RelyX ARC). Each surface was light-cured for 40 s under load and then stored in distilled water at 37°C for 7 days. Stick-shaped specimens (1.0 mm² area) were obtained and half of the specimens underwent microtensile bond strength testing and the other half were subjected to the same tests after 6 months of storage. Failure mode was determined using an optical microscope (40x). The data were analyzed by four-way ANOVA followed by the Games-Howell test ($\alpha=5\%$).

Results: After 7 days, SBU-RXU presented the highest mean bond strength, only statistically different from SBU-ARC ($p=0.000033$). After 6 months, there were no statistically significant differences in bond strength between any of the groups ($p>0.05$). Only SBP-DCA-RXU exhibited a statistically significant reduction in bond strength after 6-months ($p=0.0184$).

Conclusions: The co-initiator was not capable of promote stable bond strength after water storage when associated with an etch-and-rinse adhesive and a free-amine cement.

Clinical Significance: The co-initiator increased the dentin bond strength when an amine-based resin cement was used with a universal adhesive in the self-etching mode.

Keywords: Adhesive cementation, Resin cement, Co-initiator, Universal adhesive system, Microtensile.

Introduction

Adhesive cementation is a technique-sensitive, complex procedure involving the use of an adhesive system in conjunction with a resin cement that requires various clinical steps to ensure adequate bond strength to dental structures [1]. These materials must not only adhere to dental structures but also have adequate biocompatibility, be resistant to water solubilization and have good handling characteristics as well as a clinically acceptable working time [2].

Depending on the distance between the cement and the light source and the characteristics of the indirect restorative material, such as its color and opacity, the light from a curing device may be attenuated when it reaches the cement layer or may even not reach it [3-5]. Furthermore, polymerization activation depends on the wavelength and irradiance of the curing unit [6,7]. The use of a co-initiator allows the adhesive system to cure both by a chemical reaction and by light activation. Hence, use of dual-cure adhesive systems in conjunction with dual-cure resin cements may be necessary for cementation of indirect restorations in areas where it is difficult or impossible for light to penetrate [8].

In dual-cure systems, polymerization is initiated partly by the formation of free radicals produced by the chemical reaction between benzoyl peroxide and the tertiary amine and partly by light-curing activation, which depends on photons to excite the photoinitiator [9]. Although resin-based materials also contain tertiary aliphatic amines in the initiator system to ensure that free radicals are formed over a longer period, these amines are not inactivated by acid monomers in simplified adhesive systems because they are less nucleophilic [10,11]. Self-cure and dual-cure resin-based materials that contain basic amines are incompatible with the high concentration of acidic monomers in self-etching adhesive systems [12]. The interaction between the monomers and tertiary amine results in the latter being consumed, reducing the availability of free radicals for the polymerization reaction [13]. To avoid this problem, some self-etching systems contain co-initiators in their composition or as separate solutions to be mixed with the adhesive before it is applied in cementation procedures. It has also been reported that single-step self-etch adhesive systems act as permeable membranes that allow water to diffuse through the adhesive interface, one of the main causes of premature failure of the resin cement/dentin bond [12,14].

With the increasing demand for simpler, more versatile adhesive systems, a new type of adhesive emerged on the dental market that allowed the clinician to choose the adhesive strategy and the number of steps used to treat the dental substrates. These so-called “universal” or “multimode” adhesive systems can be used in a conventional approach called *total-etch* or *etch-and-rinse*, when both enamel and dentin are previously acid etched; in a *selective etching* approach, when only the enamel is acid etched but the dentin is etched by the acidic monomers in the adhesive, and in a *self-etch* approach, when the acidic monomers in the adhesive etch and prime both enamel and dentin [15,16].

In addition to dimethacrylate monomers and acidic functional monomers, universal adhesive systems normally contain solvents, filler particles and initiators. Some adhesives contain silane, allowing them to be used in indirect restorative procedures, such as cementation of ceramics, zirconia, indirect resins and metal restorations [17,18].

Scotchbond Universal Adhesive contains a co-initiator (Scotchbond Universal DCA, Dual-Cure Activator) based on sodium p-toluenesulfinate and ethanol that should be mixed with the adhesive before it is applied to the dental structure. However, the manufacturer does not recommend its use with RelyX Ultimate cement because this cement was developed with a redox system that uses sodium persulfate and tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoate to suppress adverse interactions between the adhesive system and dual-cure or chemically activated resin cements. As the cement already contains an activator that copolymerizes when it comes into contact with the universal adhesive, there is no need for additional activators (information provided by the supplier, 3M ESPE).

The effectiveness of dual-cure adhesives when used with pins and indirect restorations has been extensively studied in the literature, but the outcomes are controversial. One study showed that the bond strength of light-cured adhesives was superior to that of dual-cure adhesives as when a co-initiator was mixed because the concentration of photoinitiator and functional monomers is reduced, adversely affecting the degree of conversion and bond strength to dentin [8]. However, the bond strength of dual-cure adhesives with co-initiators can be more uniform in different parts of the dental structure where the light is attenuated [19]. Further studies are therefore required to clarify the impact of a co-initiator on the effectiveness of simplified adhesives used in conjunction with dual-cure resin cements.

The aim of this study was to assess the dentin bond strength of an etch-and-rinse adhesive system and a universal adhesive system with and without a co-initiator in conjunction with two resin cements. The hypotheses to be tested were that (1) there would be no differences in bond strength to dentin between the adhesive systems/dual-cure resin cement combinations with and without the use of a co-initiator and (2) there would be no differences in bond strength between the groups after storage in water for 7 days and for 6 months.

Materials and Methods

Sixty healthy human third molars were obtained from the tooth bank after the research protocol had been approved by the local Committee for Ethics in Research (no. 759.419). The teeth had been stored in 0.5% chloramine-T at 4°C for up to 6 months after extraction.

Preparation of the teeth

The occlusal third of the crowns was removed with a precision sectioning cutter (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) and a diamond wafering blade (Extec Corp., Enfield, CT, USA) under water cooling to expose the mid-coronal dentin.

The surfaces of the exposed dentin were wet polished with 600-grit SiC paper for 30 s and rinsed under running water for 60 s. The specimens were then gently air dried for 3 s so that the surface was slightly shiny.

The teeth were randomly allocated to 6 groups (n=10) according to the adhesive/resin cement combination used (Table 1). The materials used, their composition and the procedures for application are shown in Table 2.

Pretreatment of the indirect restorative material

Resin nano ceramic blocks (Lava Ultimate A2-HT, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) were sectioned with a diamond blade in a precision cutter (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) to produce 3 mm-thick specimens with a 12 mm x 12 mm cross section. The upper surface of each slice was sandblasted with 50 µm alumina particles under a pressure of 2 bar for 10 s and then cleaned with distilled water in ultrasonic bath for 10 min. A silane coating (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) was applied for 60 s and then air dried for 5 s.

Table 1. The experimental groups used in the study.

Group	Adhesive System	Co-initiator	Resin Cement
SBP - ARC	Adper Single Bond Plus	No	RelyX ARC
SBP - RXU	Adper Single Bond Plus	No	RelyX Ultimate
SBP - DCA - RXU	Adper Single Bond Plus	Yes	RelyX Ultimate
SBU - RXU	Scotchbond Universal	No	RelyX Ultimate
SBU - ARC	Scotchbond Universal	No	RelyX ARC
SBU - DCA - ARC	Scotchbond Universal	Yes	RelyX ARC

Bonding procedures

Before the Adper Single Bond Plus adhesive was applied, the enamel and dentin surfaces were etched with 32% phosphoric acid for 30 s and 15 s, respectively. The etchant gel was rinsed off with water spray for 30 s, and excess moisture was removed by blotting with tissue paper. The adhesive was applied to the etched enamel and dentin surfaces with gentle agitation for 15 s using a fully saturated applicator and gently air dried for 5 s to evaporate the solvent.

The Scotchbond Universal adhesive was applied using the selective enamel etch mode that relies on separate enamel etching and dentin self-etch. A 32% phosphoric acid (Scotchbond™ Universal Etchant, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) was applied to the enamel for 30 s and rinsed with water spray. Any excess moisture was removed by blotting with tissue paper. A single coat of the adhesive was applied to the dentin (and enamel) by rubbing it onto the surface for 20 s with a fully saturated

disposable applicator and then gently air dried for 5 s or until the liquid no longer moved on the surface.

For the groups in which a co-initiator was used, a single drop of the co-initiator was mixed with a drop of the adhesive (Adper Single Bond Plus or Scotchbond Universal) for 5 s. The mixture was then applied to the dentin as described previously.

The resin cements were handled according to the manufacturer's instructions and applied to the surface of the resin nano ceramic blocks, which were then placed on the treated dentin under a constant seating force of 1 kg for 1 min [20,21]. A LED curing unit (Elipar FreeLight 2, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) with approximately 700 mW/cm² irradiance was activated for 40 s on the top and four sides of the specimen once the load had been removed, giving a 200 s total activation time. The specimens were then stored in distilled water at 37°C for 7 days.

Microtensile bond strength testing

After storage, the specimens were sectioned in x and y direction using the high-precision diamond saw (Extac Corp., Enfield, CT, USA) in a precision cutter (Isomet 1000, Buehler, Lake Bluff, IL, USA) in order to obtain stick-shaped micro-specimens with a cross-sectional area of approximately 1 mm². Nine to ten micro-specimens (sticks) were obtained per tooth after sectioning. Half of the micro-specimens underwent microtensile bond strength tests immediately after cutting, and the other half were stored in distilled water at 37°C and tested after 6 months.

The thickness of the adhesive interface was measured with a digital caliper (Absolute Digimatic Caliper, Mitutoyo Corp., Kawasaki, Japan) in order to calculate individual areas of the specimens' interface. The specimens were fixed in a microtensile jig with a cyanoacrylate adhesive (Loctite 454 Gel, Henkel Adhesives North America, Rocky Hill, CT, USA). Microtensile bond strength testing was performed in a universal test machine (Instron DL2000, Grove City, PA, USA) with a crosshead speed of 0.5 mm/min. The results in kgf were converted to MPa based on the cross-sectional area of each specimen.

Failure mode analysis

The failure mode for each specimen was determined using an optical microscope at 40× magnification (BX60, Olympus Corp., Tokyo, Japan) and classified according to the structures involved as follows: cohesive failure in the dentin; cohesive failure in the nano ceramic composite; cohesive failure in the cement; adhesive failure between the dentin and cement; adhesive failure between the cement and the nano ceramic composite; and mixed failure (two or more structures involved).

Table 2. Description of the materials used in the study with trade names, manufacturer, composition and application procedures.

MATERIAL Trade name, manufacturer (Batch no.)	COMPOSITION*	APPLICATION MODE*
Adper Single Bond Plus 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (N456049)	Bis-GMA, UDMA, HEMA, copolymer of acrylic acid and itaconic acid, silanized colloidal silica particles, ethanol, water and photoinitiator.	Etch enamel and dentin with 32% phosphoric acid for 30 s and 15 s, respectively, and rinse with water. Dry by blotting, keeping dentin moist. Rub one coat of adhesive onto the dentin surface for 15 s and air-dry gently for 5 s.
Scotchbond Universal 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (595105)	Bis-GMA, 10-MDP, dimethacrylate resins, HEMA, copolymer of acrylic and itaconic acids, silane-treated silica, ethanol, water, initiators, silane.	Etch enamel with phosphoric acid for 30 s and rinse with water, leaving the dentin slightly moist. Rub one coat of adhesive onto the dentin surface for 20 s and air-dry gently for 5 s.
DCA – Dual Cure Activator 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (509461)	Sodium p-toluenesulfinate and ethanol.	Mix a drop of co-initiator with a drop of Scotchbond Universal for 5 s and apply to the surface of the tooth for 20 s by rubbing; air-dry gently for 5 s to evaporate the solvent.
RelyX Ceramic Primer 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (N561569)	Methacryloxypropyltrimethoxysilane, ethanol and water	Apply to resin nano ceramic for 1 min and air-dry for 5 s.
RelyX ARC 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (N545532)	Bis-GMA, TEGDMA, pigments, initiators, silica and zirconia.	Mix A and B pastes in equal quantities (2 clicks) with a spatula for 20 s.
RelyX Ultimate 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (601450)	Base Paste: silane-treated glass powder; 2-propenoic acid; 2-methyl-, 1,1'-[1-(hydroxymethyl)-1,2-ethanediyl] ester; reaction products with 2-hydroxy-1,3-propanediyl dimethacrylate and phosphorous oxide; TEGDMA; silane-treated silica; oxide glass chemicals; sodium persulfate; tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoate; and copper (II) acetate monohydrate. Catalyst paste: Silane-treated glass powder; dimethacrylate; silane-treated silica; 1-benzyl-5-phenyl-barbic-acid; calcium salt; sodium p-toluenesulfinate; 1,12-dodecane dimethacrylate; calcium hydroxide; 2-propenoic acid, 2-methyl-, [3-methoxypropyl]imino]di-2,1-ethanediyl ester and titanium dioxide.	Mix A and B pastes in equal quantities (2 clicks) with a spatula for 20 s.
Lava Ultimate 3M/ESPE, St. Paul, MN, USA (N538333)	Inorganic phase: silica and zirconia nanoparticles (approx. 80% by weight). Organic phase: UDMA and Bis-EMA (approx. 20% by weight).	Sandblast with aluminum oxide for 10 s and clean in ultrasonic bath for 10 s. Apply RelyX Ceramic Primer for 1 min and air-dry for 5 s.

Bis-GMA: bisphenol A glycidyl methacrylate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate, TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate; Bis-EMA: bisphenol A polyethylene glycol dimethacrylate; 10MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; UDMA urethane dimethacrylate. *Data supplied by the manufacturer.

Scanning Electron Microscopy (SEM)

The most representative failures of each group were selected for analysis using scanning electron microscopy (SEM). The fractured specimens were cleaned in an ultrasonic bath with distilled water for 15 min and kept in a vacuum desiccator with silica for 7 days. They were then coated with Au-Pd alloy and examined under SEM at 300× and 1500× magnification (Vega 3, Tescan Orsay Holding, Brno, Czech Republic).

Statistical analysis of the data

Each tooth was considered a sampling unit and the mean values for specimens from the same tooth were used to calculate the mean microtensile bond strength for the groups in both storage times. An unbalanced factorial model was used for the analysis. The data were analyzed for normality with the Kolmogorov-Smirnov test and homogeneity of variance with Levene's test. Four-way ANOVA (adhesive system, co-initiator, resin cement and storage time) was used with the Tukey and Games-Howell multiple comparison tests for each possible comparison. A significance level of 5% was used for all the tests. The data were analyzed in SPSS 24.0 (IBM Software, New York, NY, USA).

Results

The mean microtensile bond strength and standard deviation, number of specimens tested and number of pre-test failures for each group are shown in Table 3 and Figure 1.

Statistically significant differences were observed for the factors “resin cement” ($p=0.0033$) and “storage time” ($p=0.0000$). Statistically significant interactions were also observed whenever these two factors were present ($p<0.05$).

After 7 days, SBU-RXU had the highest mean bond strength but this was not statistically significantly different from any of the other groups apart from SBU-ARC ($p=0.000033$). After 6 months there was no statistically significant difference in bond strength between any of the groups ($p>0.05$). The only group with a statistically significant reduction in bond strength between the 7-day and 6-month assessments was SBP-DCA-RXU ($p=0.0184$). Although there were no pre-test failures after 7 days,

after 6 months all the groups except SBP-DCA-RXU exhibited this type of failure. When a pre-test failure occurred, a value of zero was assigned to the specimen when the mean for the tooth in question was calculated.

The frequency distributions of the failure modes for each group expressed as a percentage of the total number of specimens in the group after 7 days and 6 months are shown in Figures 2 and 3. The most common type of failure in all the groups at both time points was mixed failure, when more than two structures were involved. Adhesive failures between the cement and dentin and cohesive failures in the cement were more common after 6-month water storage. Figures 4 to 9 show SEM micrographs with different types of failures found in the tested groups.

Table3. Mean values ($\pm$ standard deviation) of microtensile bond strength in MPa, number of specimens tested (n) and number of pre-test failures (ptf) in each group after storage for 7 days and 6 months.

Groups	7 days			6 months		
	<i>Mean</i>	$\pm$ <i>S.D.</i>	<i>n/ptf</i>	<i>Mean</i>	$\pm$ <i>S.D.</i>	<i>n/ptf</i>
SBP - ARC	19.07	$\pm$ 8.25 a	50/0	14.28	$\pm$ 6.51 a	43/2
SBP - RXU	18.52	$\pm$ 11.06 ab	50/0	16.46	$\pm$ 8.17 a	45/3
SBP - DCA - RXU	19.42	$\pm$ 10.37 a	50/0	12.78	$\pm$ 7.33 a*	50/0
SBU - RXU	23.12	$\pm$ 10.94 a	50/0	16.76	$\pm$ 7.20 a	42/1
SBU - ARC	13.35	$\pm$ 6.32 b	50/0	12.98	$\pm$ 8.28 a	41/6
SBU - DCA - ARC	19.67	$\pm$ 10.19 a	50/0	15.40	$\pm$ 8.90 a	43/2

The same letter connecting results in a column indicates that there is no statistically significant difference between the results ($p < 0.05$). * Statistically significant difference between results after 7 days and 6 months in the same group ($p < 0.05$).

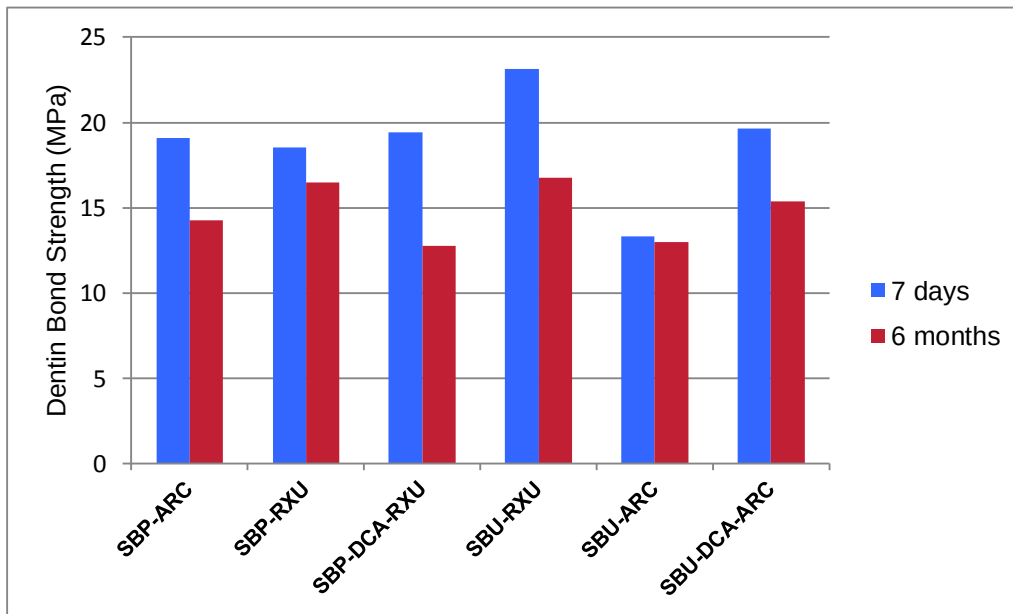


Fig. 1. Mean microtensile bond strength for each group after 7 days and 6 months.

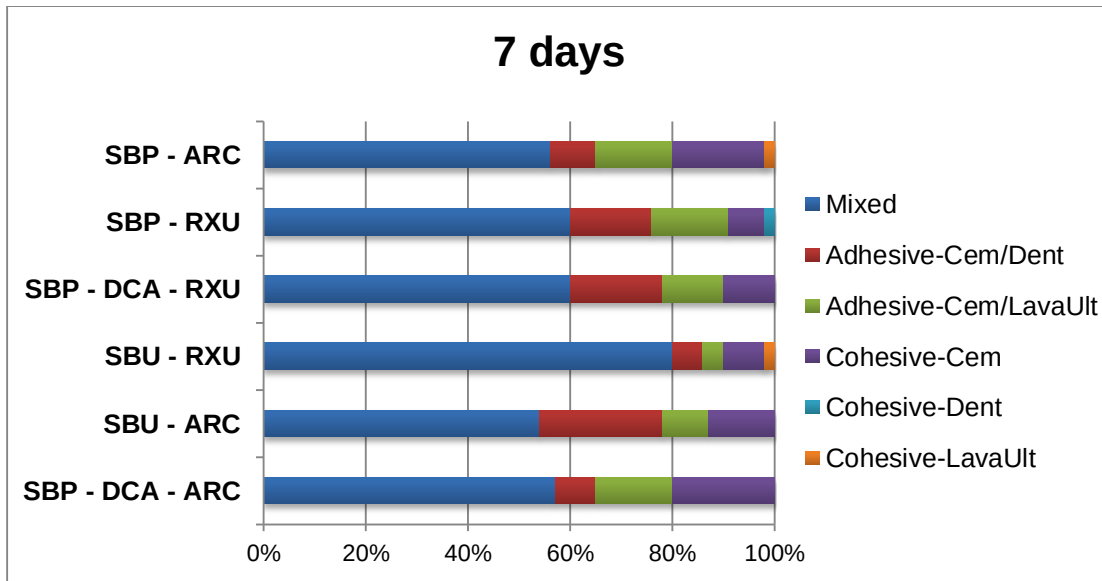


Fig. 2. Failure mode distribution (%) in each of the groups after 7 days.

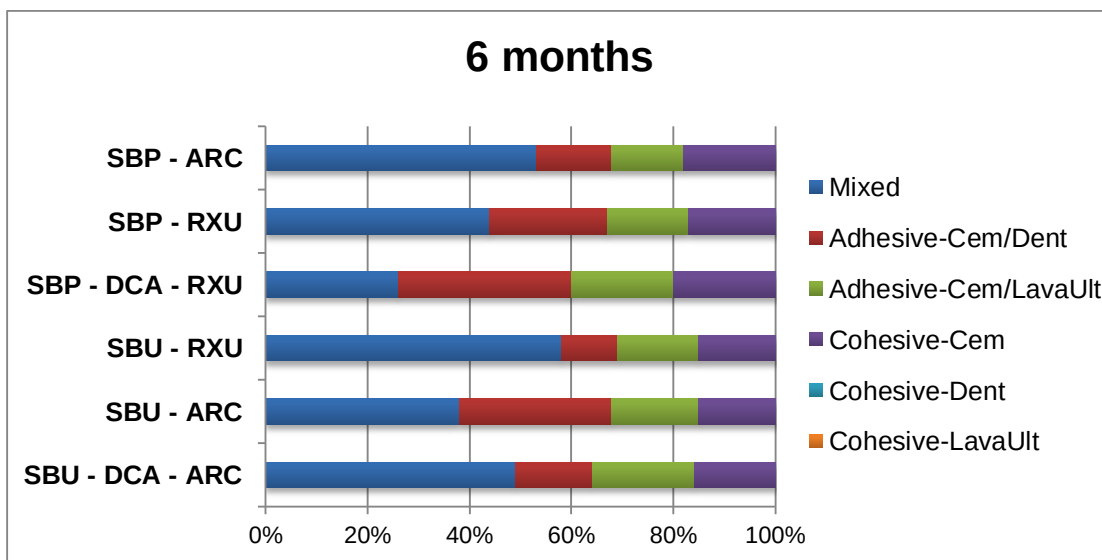


Fig. 3. Failure mode distribution (%) in each of the groups after 6 months.

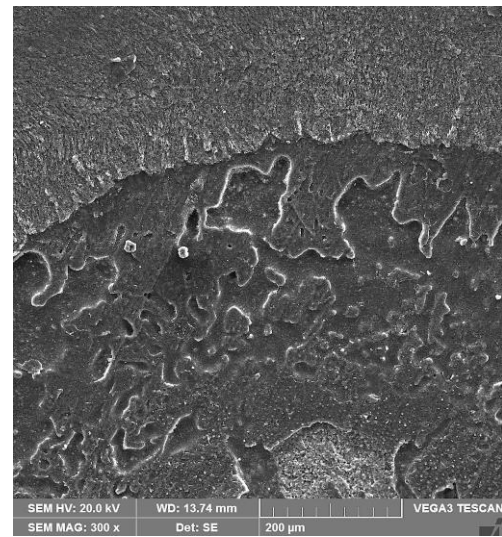
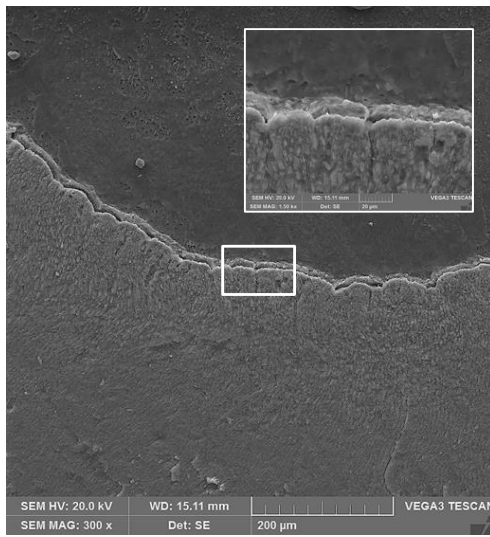


Fig. 4A. Specimen from group SB2-ARC showing mixed failure with dentin (D) and resin cement (C) exposure after 7 days. **Fig. 4B.** Counterpart of the same specimen showing resin cement (C) remaining on the nanoceramic composite surface (L).

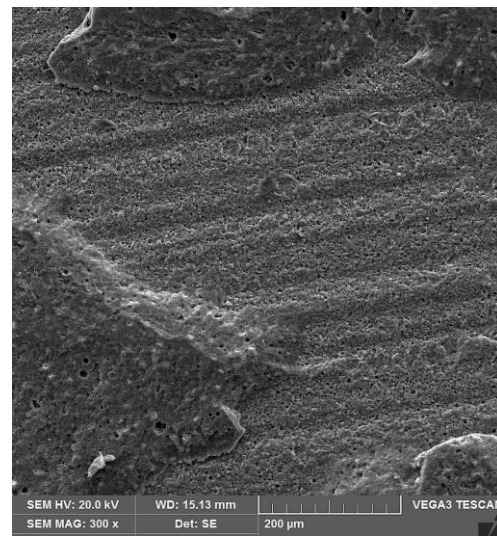
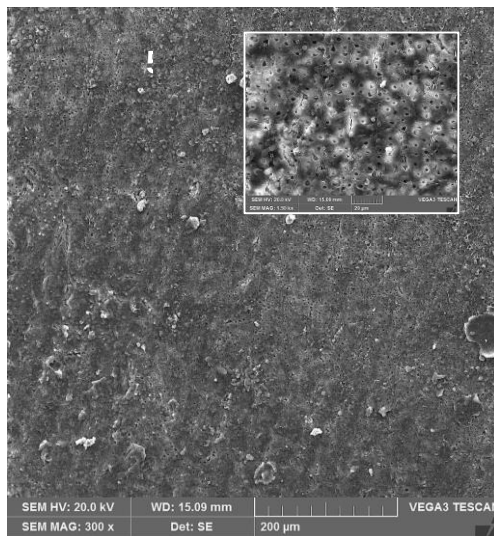


Fig. 5A. Specimen from group SB2-RXU showing mixed failure with dentin (D) exposure after 7 days. **Fig. 5B.** Counterpart of the same specimen showing resin cement (C) remaining on the nanoceramic composite surface (L).

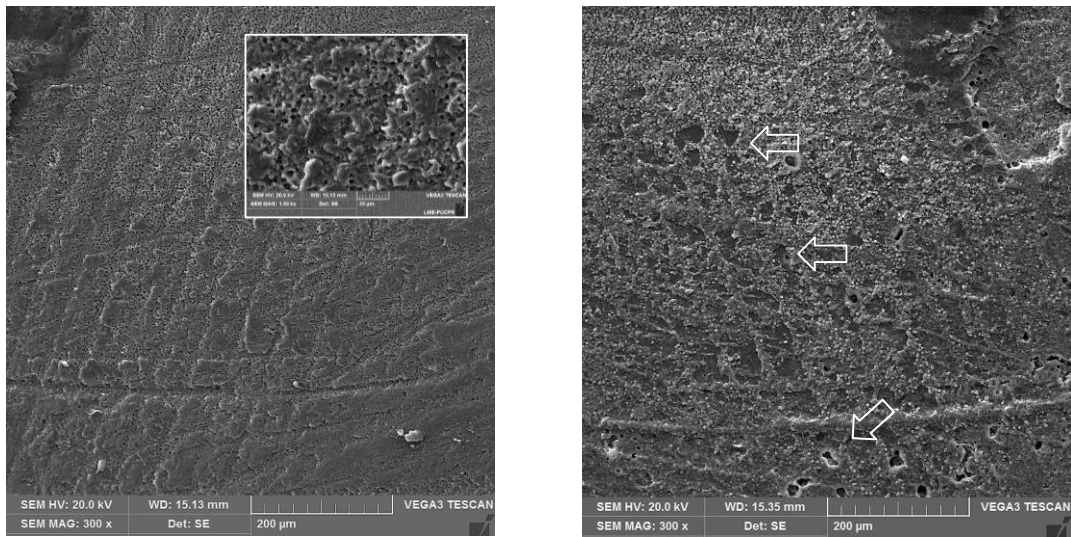


Fig. 6A. Specimen from group SB2-OPC-RXU showing adhesive failure with dentin (D) exposure after 6 months. **Fig. 6B.** Counterpart of the same specimen showing voids and porosities (arrows) in the resin cement (C) and areas of nanoceramic composite exposure (L).

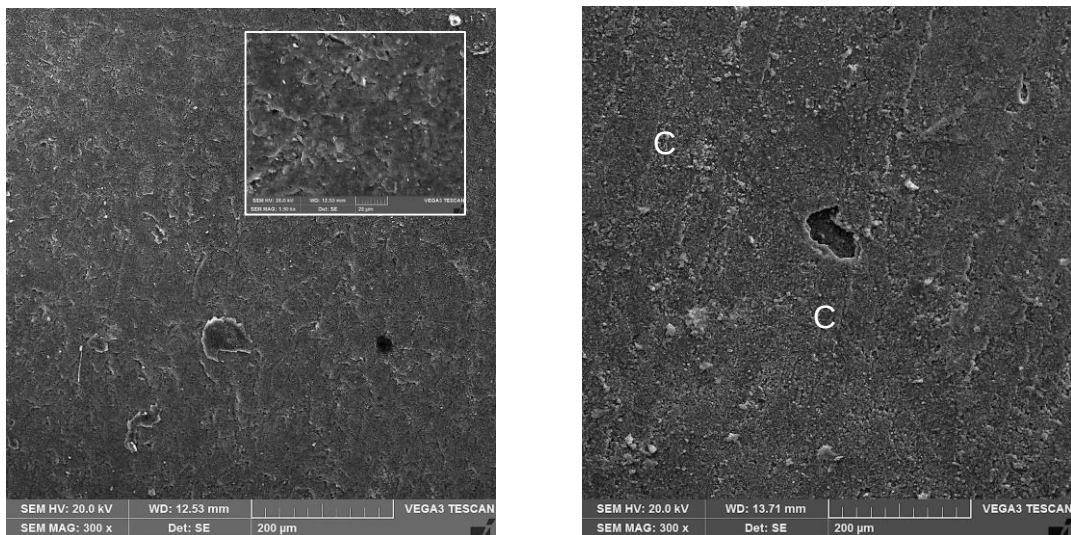


Fig. 7A. Specimen from group SBU-RXU with a cohesive failure in the cement layer (C) after 6 months. **Fig. 7B.** Counterpart of the same specimen showing the resin cement (C) covering the nanoceramic composite.

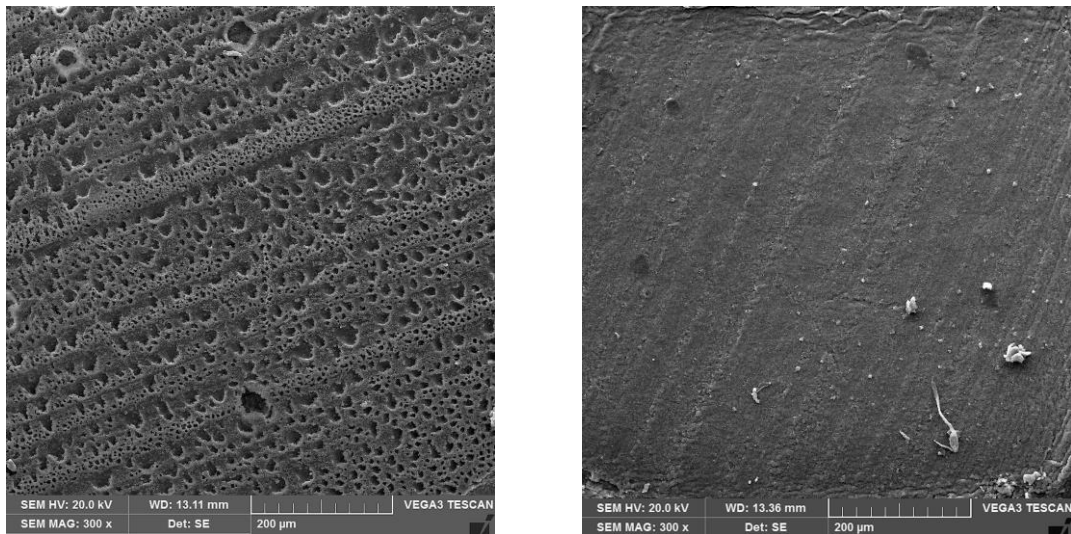


Fig. 8A. Specimen from group SBU-ARC showing adhesive failure with voids and porosities in the adhesive interface after 7 days. **Fig. 8B.** Counterpart of the same specimen with the nanoceramic composite (L) free of resin cement.

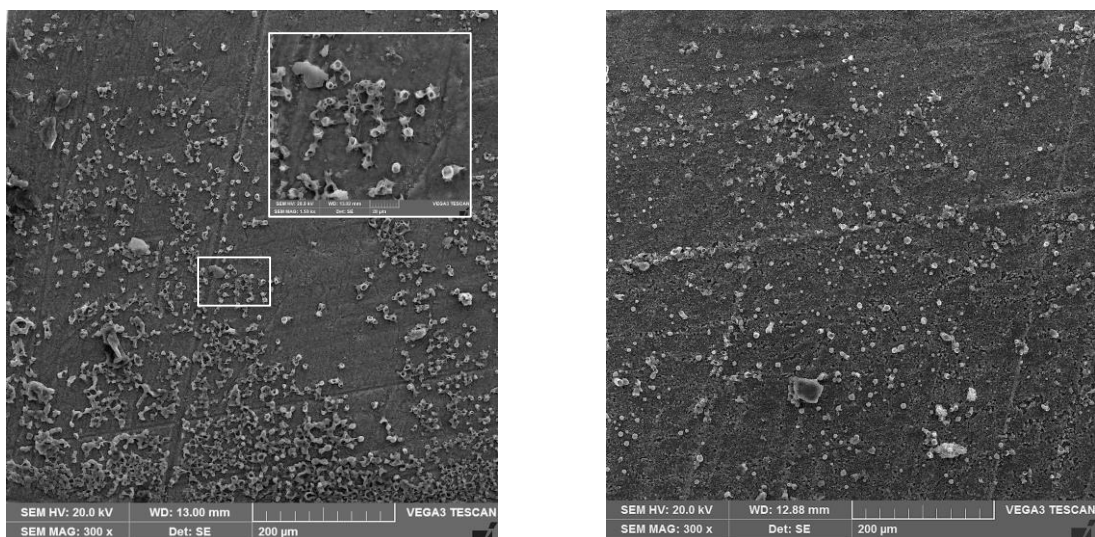


Fig. 9A. Specimen from group SBU-OPC-ARC with adhesive failure showing voids on the dentin surface (D) after 7 days. **Fig. 9B.** Counterpart of the same specimen with the nanoceramic composite (L) and remnants of resin cement.

Discussion

This study sought to assess the effectiveness of a co-initiator used with a conventional etch-and-rinse adhesive or a universal adhesive system and two different resin cements, one of which is based on a new redox system and not containing tertiary amines. In two groups (SBP-ARC, SBU-RXU) the manufacturer's classic recommendations were followed, and in the remaining groups the adhesive and resin cement were used with and without a co-initiator. The classic combinations were not

subjected to the use of co-initiator because there is no recommendation for this additional step.

Both study hypotheses were rejected as there were differences in bond strength to dentin between the groups after 7 days and in one group bond strength values after 6 months of storage in water were statistically significantly different from values after 7 days.

The universal adhesive system was used in self-etch mode on the dentin. Bonding in self-etch adhesive systems is based on two mechanisms: micromechanical interlocking and monomer penetration in interfibrillar spaces and chemical interaction between acidic functional monomers and hydroxyapatite [22]. With this mode, the adhesive procedure is faster and less critical because it does not involve moisture control, unlike techniques that require the etching to be performed beforehand [23]. Scotchbond Universal adhesive contains the functional monomer 10-MDP, which promotes chemical interaction with the calcium in the dental structure, forming a stable salt, monocalcium phosphate [24,25]. 10-MDP has a long carbon chain, making it hydrophobic and increasing its hydrolytic stability [26]. This functional monomer forms a nanolayer at the adhesive interface, resulting in higher bond strength [27]. Recent studies have shown that Scotchbond Universal provides higher bond strength when used in self-etch mode on dentin [28-30].

In the present study, the bond strength of the universal adhesive used with RelyX Ultimate resin cement (SBU-RXU) was not statistically significantly different from the bond strength of conventional adhesive used in total-etch mode with RelyX ARC resin cement (SBP-ARC), both classic approaches recommended by the manufacturer. However, when Scotchbond Universal adhesive was used with RelyX ARC (SBU-ARC) and Adper Single Bond Plus adhesive was used with RelyX Ultimate (SBP-RXU), both without a co-initiator, bond strength was reduced. The lower mean bond strength observed for Scotchbond Universal used with RelyX ARC after 7 days may be a result of the interaction between the acidic monomers in the universal adhesive and the basic tertiary amine in the RelyX ARC resin cement [12,31]. This interaction may lead to amine consumption reducing the extent and rate of polymerization and increasing premature bonding failures to dentin, as reported in previous studies [14,32].

RelyX Ultimate is a dual-cure resin cement with a new redox system containing sodium persulfate and tert-butyl peroxy-3,5,5-trimethylhexanoate in the base paste

and an activator, sodium p-toluene sulfinate, in the catalyst paste. This innovation was introduced to overcome adverse interactions between the adhesive systems and self-cure or dual-cure resin cement, which uses a tertiary amine as the activator and benzoyl peroxide as the initiator. Based on the pooled means for the variable resin cement, RelyX Ultimate provided higher bond strength than RelyX ARC in the analysis of variance in this study. However, when analyzed separately, the groups with RelyX Ultimate had similar results independently of both the adhesive used and whether or not a co-initiator was used.

Scotchbond Universal used in self-etch mode in dentin in conjunction with RelyX Ultimate (SBU-RXU) can be considered the most suitable combination for cementation procedures, as it combines low technique-sensitivity with the effective bonding made possible by 10-MDP. Furthermore, a co-initiator is not needed for polymerization to be effective. When the activator in RelyX Ultimate cement comes into contact with Scotchbond Universal adhesive, it ensures adequate polymerization of the adhesive. Recent studies have shown the superiority of this combination over other cement systems [20,21,33-37].

The effect of co-initiators on polymerization of dual-cure adhesive cement systems has been the subject of much research in the last decade [3,11,13,19, 38-42]. The reaction between co-initiators and acidic resin monomers not only theoretically increases conversion of the latter but also produces phenyl or benzenesulfonyl free radicals, which act as initiators for polymerization reaction of resin-based materials [10]. Most co-initiators consist of salts dissolved in organic solvents such as acetone or ethanol and are supplied in a single bottle. Co-initiator salts can also be impregnated in specific applicators supplied by the manufacturer, avoiding the need for a vehicle [39]. The co-initiator used here is supplied in a single bottle and is called DCA (dual-cure activator). It consists of sodium p-toluenesulfinate, a salt derived from sulfinic acid, with ethanol as solvent. Some studies [13,36,43,44] have shown that co-initiators have a limited effect on the degree of conversion of chemically activated adhesives and argue that the effectiveness of polymerization in dual-cure systems is highly dependent on the adhesive system used [39,40]. Moreover, the higher acidic monomer content in the partially polymerized adhesive layer can interfere with the amine in the chemically-cure systems, potentially resulting in less amine being available for the polymerization process even when co-initiators are used [39]. This is compounded by the fact that

mixing adhesive with co-initiator can produce a solution with a large amount of organic solvents, adversely affecting the degree of conversion [8].

Scotchbond Universal is considered a mild self-etch adhesive with a pH of 2.7 [25,45], which reaches 2.9 after the DCA co-initiator is added [46]. According to the manufacturer, the co-initiator (pH = 7) was developed for use with Scotchbond Universal to optimize copolymerization with self-cure and dual-cure resin cements, other than RelyX Ultimate. Indeed, the results of this study show a significant increase in bond strength when the co-initiator was used with universal adhesive and RelyX ARC dual-cure cement (SBU-DCA-ARC) in relation to the bond strength of the same combination without the co-initiator (SBU-ARC). The group in which Adper Single Bond Plus was used with the co-initiator and RelyX Ultimate (SBP-DCA-RXU) was intended to test whether the co-initiator would improve the performance of the etch-and-rinse adhesive system combined with the amine-free resin cement. However, although the results for this group were similar to those for the group with the same cement and adhesive but without the co-initiator (SBP-RXU) after 7 days, the results for the SBP-DCA-RXU group were significantly worse after 6 months. This may be a result of an increase in the amount of residual solvent at the interface, which can dilute the functional monomers and affect the long-term bonding performance [47].

Observation of the different failure modes after the microtensile bond strength tests revealed a large number of mixed failures in all the groups. After 6 months of water storage there was an increase in the number of failures at the adhesive cement/dentin interface, possibly because of the degradation of the adhesive interface after a long period of water storage, leading to hydrolysis of collagen fibers and resin components that did not polymerize or infiltrate the exposed collagen fiber network [47-49].

The bubbles observed in RelyX Ultimate cement layer associated with Adper Singlebond Plus and co-initiator in Figures 6A and 6B suggests that the high amount of solvent can be responsible for weakening the bonding properties of the adhesive/resin cement to dentin [50].

Polymerization of the adhesive system has a fundamental influence on the bond strength of indirect restorations. In dual-cure cements, light-curing ensures that the restoration is initially fixed, while chemical curing ensures complete polymerization being particularly important in deep areas and opaque restorations, where sufficient light from the light-curing unit cannot reach the cement [32]. In the present study,

although the resin nano ceramic blocks with a mean thickness of 3 mm undoubtedly attenuated the light [20,21,35], this attenuation was probably made up for by the longer light-curing time (200 s) and the five different positions in which the light-curing unit was held for each specimen. In addition, polymerization of the adhesive system and the resin cement was carried out at the same time, as recommended by the manufacturer. This recommendation is intended to avoid problems with poor seating of indirect restorations because of a thicker adhesive film [51,52]. Although recent studies have shown that light-curing of the adhesive system before application of the resin cement can be decisive in determining the bond strength to dentin of indirect restorations [20,21], it should be stressed that this procedure can only be used when the adhesive is very thin so the fit of the restoration is not affected.

This study emphasizes that a careful choice of the materials to be used in adhesive cementation is fundamental to ensure immediate clinical success and long-lasting indirect restorations and must be based not only on their chemical composition but also on their mechanical, optical and biological characteristics.

Conclusion

Within the limitations of this *in vitro* study, it can be concluded that:

- the use of a co-initiator was effective in increasing bond strength only for the universal adhesive system combined with the amine-based resin cement;
- The co-initiator failed to contribute to a stable bond after 6 months when the conventional adhesive was associated with the amine-free cement.

References

- [1] E. Saskalauskaite, L.E. Tam, D. McComb, Flexural strength, elastic modulus, and pH profile of self-etch resin luting cements, J. Prosthodont. 17 (2008) 262–268.
- [2] T.A. Pegoraro, N.R. da Silva, R.M. Carvalho, Cements for use in esthetic dentistry, Dent. Clin. North Am. 51 (2007) 453-471.
- [3] C.A. Arrais, F.A. Rueggeberg, J.L. Waller, M.F. de Goes, M. Giannini, Effect of curing mode on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems, J. Dent. 36 (2008) 418-426.
- [4] X. Meng, K. Yoshida, M. Atsuta, Influence of ceramic thickness on mechanical

properties and polymer structure of dual-cured resin luting agents, *Dent. Mater.* 24 (2008) 594-599.

[5] T.A. Sulaiman, A.A. Abdulmajeed, T.E. Donovan, A.V. Ritter, L.V. Lassila, P.K. Vallittu, T.O. Närhi, Degree of conversion of dual-polymerizing cements light polymerized through monolithic zirconia of different thicknesses and types, *J. Prosthet. Dent.* 114 (2015) 103-108.

[6] E. Asmussen, A. Peutzfeldt, Polymerization contraction of resin composite vs energy and power density of light-cure, *Eur. J. Oral Sci.* 113 (2005) 417-421.

[7] E. Piva, L. Correr-Sobrinho, M.A. Sinhoreti, S. Consani, F.F. Demarco, J.M. Powers, Influence of energy density of different light sources on Knoop hardness of a dual-cured resin cement, *J. Appl. Oral Sci.* 16 (2008) 189-193.

[8] R.M. Foxton, M. Nakajima, J. Tagami, H. Miura, Bonding of photo and dual- cure adhesives to root canal dentin, *Oper. Dent.* 28 (2003) 543-551.

[9] U. Salz, J. Zimmermann, T. Salzer, Self-curing, self-etching adhesive cement systems, *J. Adhes. Dent.* 7 (2005) 7-17.

[10] A.M. Shade, M.N. Wajdowicz, C.W. Bailey, K.S. Vandewalle, The effect of simplified adhesives on the bond strength to dentin of dual-cure resin cements, *Oper. Dent.* 39 (2014) 627-636.

[11] B.I. Suh, L. Feng, D.H. Pashley, F.R. Tay, Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and chemically-cured or dual-cured composites. Part III. Effect of acidic resin monomers, *J. Adhes. Dent.* 5 (2003) 267-282.

[12] F.R. Tay, D.H. Pashley, C.K.Y. Yiu, A.M. Sanares, S.W. Wei, Factors contributing to the incompatibility between simplified-step adhesives and self-cured or dual-cured composites. Part I. Single-step self-etch adhesive, *J. Adhes. Dent.* 5 (2003) 27-40.

[13] S.C. Cavalcanti, M.T. de Oliveira, C.A. Arrais, M. Giannini, The effect of the presence and presentation mode of co-initiators on the microtensile bond strength of dual-cured adhesive systems used in indirect restorations, *Oper. Dent.* 33 (2008) 682-689.

[14] R.M. Carvalho, T.A. Pegoraro, F.R. Tay, L.F. Pegoraro, N.R. Silva, D.H. Pashley, Adhesive permeability affects coupling of resin cements that utilise self-etching primers to dentine, *J. Dent.* 32 (2004) 55-65.

[15] M. Hanabusa, A. Mine, T. Kuboki, Y. Momoi, A. Van Ende, B. Van Meerbeek, J. De Munck, Bonding effectiveness of a new 'multi-mode' adhesive to enamel and dentine, *J. Dent.* 40 (2012) 475-484.

[16] M.A. Muñoz, I. Luque, V. Hass, A. Reis, A.D. Loguercio, N.H.C. Bombarda, Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine, *J. Dent.* 41 (2013) 404-411.

- [17] S. Flury, S.Z. Schmidt, A. Peutzfeldt, A. Lussi, Dentin bond strength of two resin-ceramic computer-aided design/computer-aided manufacturing (CAD/CAM) materials and five cements after six months storage, *Dent. Mater. J.* 35 (2016) 728-735.
- [18] J. Perdigão, E.J. Swift Jr. Universal Adhesives, *J. Esthet. Restor. Dent.* 27 (2015) 331-334.
- [19] S.F. Ebrahimi, N. Shadman, E.B. Nasery, F. Sadeghian, Effect of polymerization mode of two adhesive systems on push-out bond strength of fiber post to different regions of root canal dentin. *Dent. Res. J.* 11 (2014) 32-38.
- [20] A.K. Lührs, J. De Munck, W. Geurtsen, B. Van Meerbeek, Composite cements benefit from light-curing, *Dent. Mater.* 30 (2014) 292–301.
- [21] A.K. Lührs, P. Pongprueksa, J. De Munck, W. Geurtsen, B. Van Meerbeek, Curing mode affects bond strength of adhesively luted composite CAD/CAM restorations to dentin, *Dent. Mater.* 30 (2014) 281–289.
- [22] M. Giannini, P. Makishi, A.P. Ayres, P.M. Vermelho, B.M. Fronza, T. Nikaido, J. Tagami, Self-etch adhesive systems: a literature review, *Braz. Dent. J.* 26 (2015) 3-10.
- [23] B. Van Meerbeek, J. De Munck, D. Mattar, K. Van Landuyt, P. Lambrechts, Microtensile bond strengths of an etch&rinse and self-etch adhesive to enamel and dentin as a function of surface treatment, *Oper. Dent.* 28 (2003) 647-660.
- [24] Y. Yoshida, B. Van Meerbeek, Y. Nakayama, J. Snauwaert, L. Hellemans, P. Lambrechts, G. Vanherle, K. Wakasa, Evidence of chemical bonding at biomaterial-hard tissue interfaces, *J. Dent. Res.* 79 (2000) 709-714.
- [25] K. Yoshihara, Y. Yoshida, S. Hayakawa, N. Nagaoka, Y. Torii, A. Osaka, K. Suzuki, S. Minagi, B. Van Meerbeek, K.L. Van Landuyt, Self-etch monomer calcium salt deposition on dentin, *J. Dent. Res.* 90 (2011) 602-606.
- [26] K.L. Van Landuyt, J. Snauwaert, J. De Munck, M. Peumans, Y. Yoshida, A. Poitevin, E. Coutinho, K. Suzuki, P. Lambrechts, B. Van Meerbeek, Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives, *Biomaterials* 28 (2007) 3757-3785.
- [27] Y. Yoshida, K. Yoshihara, N. Nagaoka, S. Hayakawa, Y. Torii, T. Ogawa, Self-assembled nano-layering at the adhesive interface, *J. Dent. Res.* 91 (2012) 376-381.
- [28] A. Sezinando, I. Luque-Martinez, M.A. Muñoz, A. Reis, A.D. Loguercio, J. Perdigão, Influence of a hydrophobic resin coating on the immediate and 6-month dentin bonding of three universal adhesives, *Dent. Mater.* 31 (2015) 236–246.
- [29] A. Wagner, M. Wendler, A. Petschelt, R. Belli, U. Lohbauer, Bonding performance of universal adhesives in different etching modes, *J. Dent.* 42 (2014) 800–807.
- [30] W.L. Rosa, E. Piva, A.F. Silva, Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis, *J. Dent.* 43 (2015) 765-776.

- [31] A.M. Sanares, A. Itthagarun, N.M. King, F.R. Tay, D.H. Pashley, Adverse surface interactions between one-bottle light-cured adhesives and chemical-cured composites, *Dent. Mater.* 17 (2001) 542-556.
- [32] N. Hofmann, G. Papsthart, B. Hugo, B. Klaiber, Comparison of photo-activation versus chemical or dual-curing of resin-based luting cements regarding flexural strength, modulus and surface hardness, *J. Oral Rehabil.* 28 (2001) 1022-1028.
- [33] I. Cekic-Nagas, G. Ergun, F. Egilmez, P.K. Vallittu, L.V. Lassila, Micro-shear bond strength of different resin cements to ceramic/glass-polymer CAD-CAM block materials, *J. Prosthodont. Res.* 60 (2016) 265-273.
- [34] N. Passia, M. Mitsias, F. Lehmann, M. Kern, Bond strength of a new generation of universal bonding systems to zirconia ceramic, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 62 (2016) 268-274.
- [35] E.M. Souza, J. De Munck, P. Pongprueksa, A. Van Ende, B. Van Meerbeek, Correlative analysis of cement-dentin interfaces using an interfacial fracture toughness and micro-tensile bond strength approach, *Dent. Mater.* 32 (2016) 1575–1585.
- [36] V. Vogl, K.A. Hiller, W. Buchalla, M. Federlin, G. Schmalz, Controlled, prospective, randomized, clinical split-mouth evaluation of partial ceramic crowns luted with a new, universal adhesive system/resin cement: results after 18 months, *Clin. Oral Investig.* 20 (2016) 2481-2492.
- [37] E. Yassini, M. Mirzaei, A. Alimi, M. Rahaeifard, Investigation of the fatigue behavior of adhesive bonding of the lithium disilicate glass ceramic with three resin cements using rotating fatigue method, *J. Mech. Behav. Biomed. Mater.* 61 (2016) 62-69.
- [38] C.A. Arrais, M. Giannini, F.A. Rueggeberg, Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation, *J. Dent.* 37 (2009) 219-227.
- [39] M.J. de Menezes, C.A. Arrais, M. Giannini, Influence of light-activated and auto- and dual-polymerizing adhesive systems on bond strength of indirect composite resin to dentin, *J. Prosthet. Dent.* 96 (2006) 115-121.
- [40] Y.K. Kim, J.N. Chun, P.C. Kwon, K.H. Kim, T.Y. Kwon, Polymerization kinetics of dual-curing adhesive systems when used solely or in conjunction with chemically-cured resin cement, *J. Adhes. Dent.* 15 (2013) 453-459.
- [41] N. Tanoue, Y. Koishi, M. Atsuta, H. Matsumura, Properties of dual-curable luting composites polymerized with single and dual curing modes, *J. Oral Rehabil.* 30 (2003) 1015-1021.
- [42] A. Vichi, M. Carrabba, C. Goracci, M. Ferrari, Extent of cement polymerization along dowel space as a function of the interaction between adhesive and cement in fiber post cementation, *J. Adhes. Dent.* 14 (2012) 51-57.

- [43] K. Ikemura, T. Endo, A review of our development of dental adhesives - Effects of radical polymerization initiators and adhesive monomers on adhesion, *Dent. Mater. J.* 29 (2010) 109–121.
- [44] A.L. Faria e Silva, D.S. Casselli, G.S. Lima, F.A. Ogliari, E. Piva, L.R. Martins, Kinetics of conversion of two dual-cured adhesive systems, *J. Endod.* 34 (2008) 1115-1118.
- [45] C. Chen, L.N. Niu, H. Xie, Z.Y. Zhang, L.Q. Zhou, K. Jiao, J.H. Chen, D.H. Pashley, F.R. Tay, Bonding of universal adhesives to dentine-Old wine in new bottles? *J. Dent.* 43 (2015) 525-536.
- [46] V. Miletic, P. Pongprueksa, J. De Munck, N.R. Brooks, B. Van Meerbeek, Monomer-to-polymer conversion and micro-tensile bond strength to dentine of experimental and commercial adhesives containing diphenyl (2,4,6-trimethylbenzoyl) phosphine oxide or a camphorquinone/amine photo-initiator system, *J. Dent.* 41 (2013) 918-926.
- [47] A.F. Reis, M. Giannini, P.N. Pereira, Influence of water-storage time on the sorption and solubility behavior of current adhesives and primer/adhesive mixtures, *Oper. Dent.* 32 (2007) 53-59.
- [48] M. Hashimoto, H. Ohno, H. Sano, M. Kaga, H. Oguchi, Degradation patterns of different adhesives and bonding procedures, *J. Biomed. Mater. Res. B Appl. Biomater.* 66 (2003) 324-330.
- [49] A.F. Reis, M.R. Carrilho, E. Ghaname, P.N. Pereira, M. Giannini, T. Nikaido, J. Tagami, Effects of water-storage on the physical and ultramorphological features of adhesives and primer/adhesive mixtures, *Dent. Mater. J.* 29 (2010) 697-705.
- [50] L. Boschian Pest, G. Cavalli, P. Bertani, M. Gagliani. Adhesive post-endodontic restorations with fiber posts: push-out tests and SEM observations, *Dent. Mater.* 18 (2002) 596-602.
- [51] R. Frankenberger, J. Sindel, N. Kramer, A. Petschelt, Dentin bond strength and marginal adaptation: direct composite resins vs ceramic inlays, *Oper. Dent.* 24 (1999) 147-155.
- [52] C. Takubo, G. Yasuda, R. Murayama, Y. Ogura, M. Tonegawa, H. Kurokawa, M. Miyazaki, Influence of power density and primer application on polymerization of dual-cured resin cements monitored by ultrasonic measurement, *Eur. J. Oral Sci.* 118 (2010) 417-422.

Anexo A – Parecer do Comitê

	Comitê de Ética em Pesquisa da PUCPR	PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ - PUC/ PR	
PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP			
DADOS DO PROJETO DE PESQUISA			
Título da Pesquisa: EFEITO DE CO-INICIADOR ASSOCIADO A UM SISTEMA ADESIVO UNIVERSAL SOBRE A RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE CIMENTOS RESINOSOS DUAIS À DENTINA			
Pesquisador: Evelise Machado de Souza			
Área Temática:			
Versão: 1			
CAAE: 33809614.0.0000.0100			
Instituição Proponente: Pontifícia Universidade Católica do Paraná			
Patrocinador Principal: Financiamento Próprio			
DADOS DO PARECER			
Número do Parecer: 759.419			
Data da Relatoria: 13/08/2014			
Apresentação do Projeto:			
Cinquenta terceiros molares humanos hígidos permanentes serão obtidos no Banco de Dentes da PUC-PR após aprovação no Comitê de Ética em Pesquisa. Os dentes serão seccionados perpendicularmente ao longo eixo no terço médio da coroa dentária em uma máquina de corte de precisão com um disco diamantado para exposição da dentina coronária. As superfícies de dentina exposta serão preparadas com uma ponta diamantada de acabamento em alta rotação adaptada a um delineador por 20 segundos e depois lavadas com um jato de água. Os dentes serão distribuídos em 5 grupos (n=10) de acordo com os sistemas adesivos/agentes cimentantes conforme descrito na Tabela 1.			
Tabela 1: Descrição dos grupos experimentais a serem avaliados no estudo.			
Grupos Sistema Adesivo Co-iniciador Cimento Resinoso			
SBU-ARC Single Bond Universal - RelyX ARC			
OPC-ARC Single Bond Universal OPC RelyX ARC			
SBU-RU Single Bond Universal - RelyX Ultimate			
OPC-RU Single Bond Universal OPC RelyX Ultimate			
U200 - - RelyX U200 Blocos de um material restaurador indireto nanocerâmico (Lava Ultimate A2-HT, 3M ESPE, St. Paul, MN) serão seccionados em fatias de 3 mm com um disco			
Endereço: Rua Imaculada Conceição - 1155 - 3º andar Bairro: Prédio Ad. Prado Velho CEP: 80.215-901 UF: PR Município: CURITIBA Telefone: (41)3271-2292 Fax: (41)3271-1387 E-mail: nep@pucpr.br			

Continuação do Parecer: 759.419

diamantado em cortadeira de precisão. A superfície de topo de cada fatia será tratada com jato de óxido de alumínio (50 m) por 30 segundos e com a aplicação de uma camada de silano (RelyX Ceramic Primer, 3M ESPE, St. Paul, MN) por 1 minuto. A aplicação do sistema adesivo Single Bond Universal na dentina será realizada utilizando o modo auto-condicionante, no qual o adesivo é aplicado de maneira ativa sobre a dentina durante 20 segundos, seguido de um leve jato de ar durante 5 segundos. A fotoativação será realizada durante 10 segundos com um aparelho fotopolimerizador LED com radiância mínima de 700 mW/cm². Nos grupos onde o co-iniciador OPC será utilizado, uma gota do mesmo será misturada a uma gota do sistema adesivo Single Bond Universal em um casulo durante 5 segundos. Em seguida, a mistura será aplicada à dentina preparada como descrito anteriormente. Para o cimento autoadesivo U200, a superfície dentinária será mantida levemente úmida após uma rinsagem com água. Os cimentos resinosos serão aplicados sobre a superfície do bloco nanocerâmico e o mesmo será posicionado sobre a dentina tratada. O bloco será mantido em posição com uma carga de 1kg durante o período de fotopolimerização que será realizada por 40 segundos em cada face (total de 200 segundos) utilizando uma unidade fotopolimerizadora a base de LED. A carga de 1 kg será mantida por um tempo adicional de 10 minutos a 100% de umidade relativa a 37°C. Em seguida, os espécimes serão armazenados imersos em água destilada a 37°C por 7 dias. Os espécimes serão seccionados nos eixos x e y com um disco de corte diamantado em máquina de corte de precisão para a obtenção de barras com secção transversal de 1,0 mm². Metade das barras obtidas será levada para o teste de microtração imediatamente e a outra será armazenada em água destilada a 37°C por 6 meses. Os espécimes serão fixados no dispositivo utilizando-se uma cola a base de cianoacrilato e levados para uma máquina de teste universal. A força de tração terá velocidade de 0,5 mm/min com célula de carga de 50 N. O modo de fratura de cada espécime será determinado sob um microscópio óptico de 50× e classificados de acordo com as estruturas envolvidas em falha coesiva na dentina, falha coesiva no compósito nanocerâmico, falha coesiva no cimento, falha adesiva entre a dentina e o sistema adesivo, falha adesiva entre o cimento e o compósito nanocerâmico, falha mista (mais de duas estruturas envolvidas). Dois espécimes representativos de cada tipo de fratura de cada grupo serão selecionados e preparados para avaliação em microscópio eletrônico de varredura (MEV). Os dados obtidos serão submetidos a Análise de Variância a dois critérios (material e tempo) seguida de um teste de comparações múltiplas com nível de significância de 5%.

Endereço: Rua Imaculada Conceição - 1155 - 3º andar
Bairro: Prédio Ad. Prado Velho **CEP:** 80.215-901
UF: PR **Município:** CURITIBA
Telefone: (41)3271-2292 **Fax:** (41)3271-1387 **E-mail:** nep@pucpr.br



Continuação do Parecer: 759.419

Objetivo da Pesquisa:

O objetivo deste estudo será avaliar a resistência de união à dentina de um sistema adesivo universal com e sem a utilização de um co iniciador associado a dois diferentes cimentos resinosos duais e um agente de cimentação autoadesivo como controle.

Avaliação dos Riscos e Benefícios:

Os riscos e benefícios apresentados estão adequados e de acordo com a resolução 466/2012.

Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

A metodologia e objetivos apresentados estão adequados e em acordo com a resolução 466/2012.

Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Os termos apresentados estão adequados e em acordo com a resolução 466/2012.

Recomendações:

Ver Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações.

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações:

Projeto aprovado.

Situação do Parecer:

Aprovado

Necessita apreciação da CONEP:

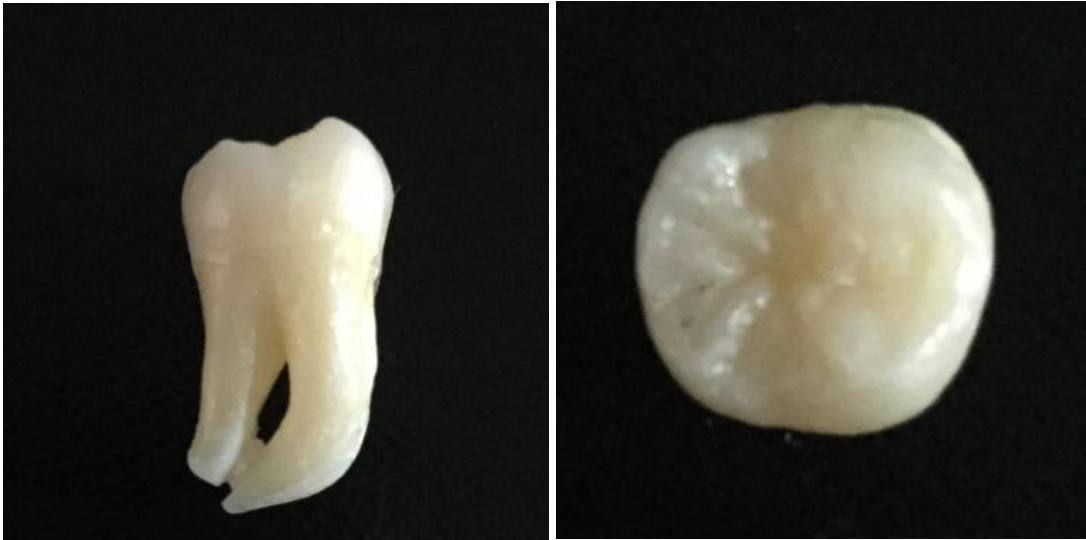
Não

Considerações Finais a critério do CEP:

Lembramos aos senhores pesquisadores que, no cumprimento da Resolução 466/2012, o Comitê de Ética em Pesquisa (CEP) deverá receber relatórios anuais sobre o andamento do estudo, bem como a qualquer tempo e a critério do pesquisador nos casos de relevância, além do envio dos relatos de eventos adversos para conhecimento deste Comitê. Salientamos ainda, a necessidade de relatório completo ao final do estudo. Eventuais modificações ou emendas ao protocolo devem ser apresentadas ao CEPPUCPR de forma clara e sucinta, identificando a parte do protocolo a ser modificado e as suas justificativas. Se a pesquisa, ou parte dela for realizada em outras instituições, cabe ao pesquisador não iniciá-la antes de receber a autorização formal para a sua realização. O documento que autoriza o início da pesquisa deve ser carimbado e assinado pelo responsável da instituição e deve ser mantido em poder do pesquisador responsável, podendo ser requerido por este CEP em qualquer tempo.

Endereço: Rua Imaculada Conceição - 1155 - 3º andar
Bairro: Prédio Ad. Prado Velho **CEP:** 80.215-901
UF: PR **Município:** CURITIBA
Telefone: (41)3271-2292 **Fax:** (41)3271-1387 **E-mail:** nep@pucpr.br

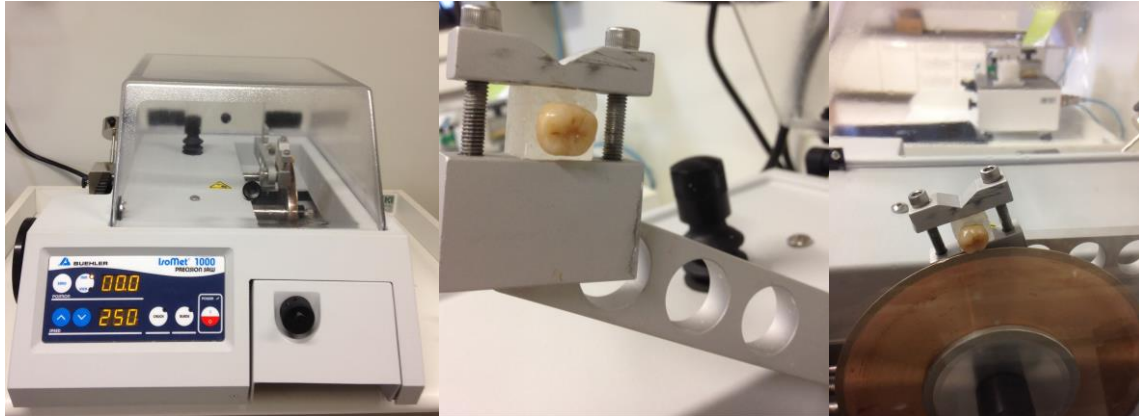
Anexo B – Ilustrações de materiais e métodos



Figuras 1A e 1B: dentes selecionados para a pesquisa



Figuras 2A e 2B: Molde de silicone e inclusão dos dentes em resina acrílica



Figuras 3A, 3B e 3C: Máquina de corte e secção transversal do dente com disco diamantado sob irrigação de água, para exposição da dentina coronária



Figuras 4A e 4B: Blocos de resina indireta nanocerâmica e mensuração da espessura do bloco com auxílio de paquímetro digital



Figura 5A: Silano (Relyx Ceramic Primer) utilizado nos blocos de resina nanocerâmica

Figura 5B: Adesivo simplificado convencional Adper Single Bond 2, OPC, adesivo Single Bond Universal utilizados nos dentes recortados

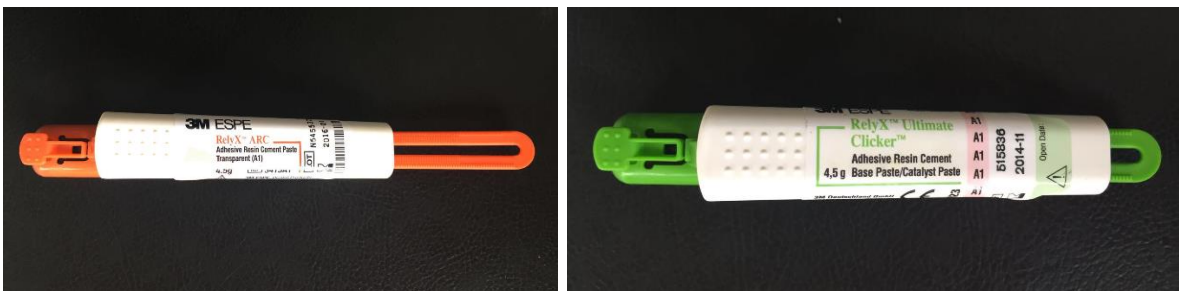


Figura 6A e 6B: cimento resinoso dual RelyX ARC e cimento resinoso dual RelyX Ultimate

Aplicação dos sistemas adesivos e cimentos resinosos:



Figura 7A: dente recortado e dentina coronária exposta

Figura 7B: condicionamento do esmalte com ácido fosfórico a 32%

Figura 7C: condicionamento da dentina com ácido fosfórico a 32%

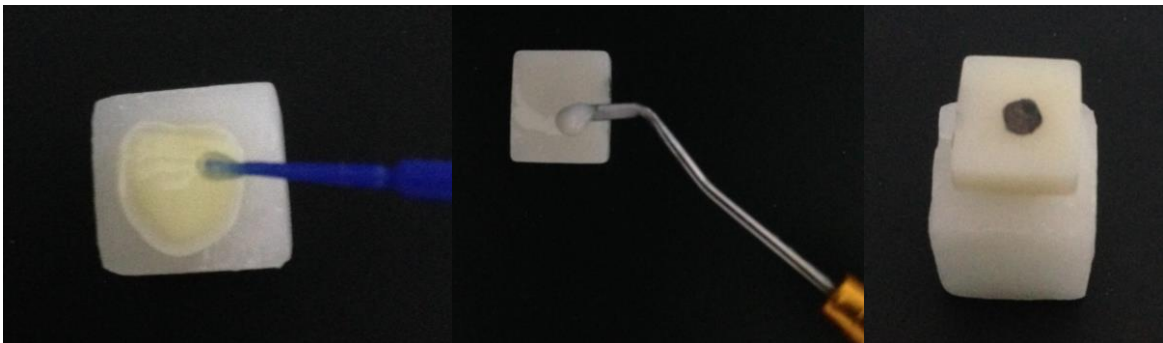


Figura 8A: aplicação do sistema adesivo sobre esmalte e dentina

Figura 8B: aplicação do cimento resinoso dual sobre o bloco nanocerâmico

Figura 8C: bloco nanocerâmico assentado sobre o dente



Figura 9A: bloco nanocerâmico de 3mm de espessura

Figura 9B: jato de óxido de alumínio (Bio Art, São Carlos, SP, Brasil)

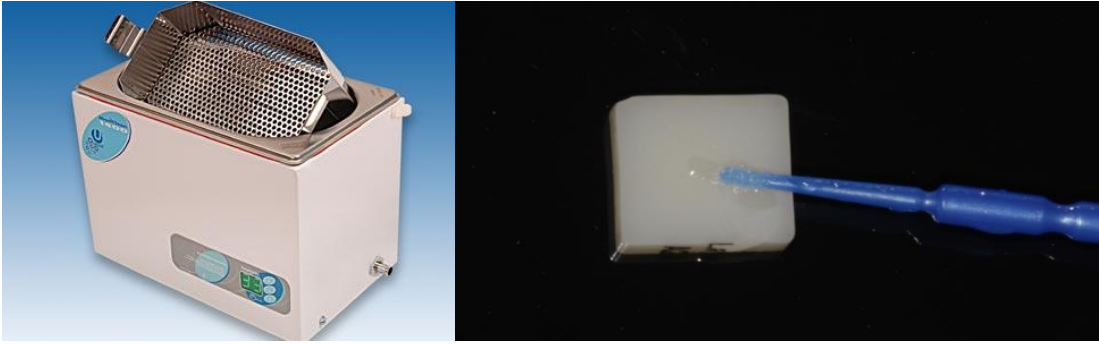
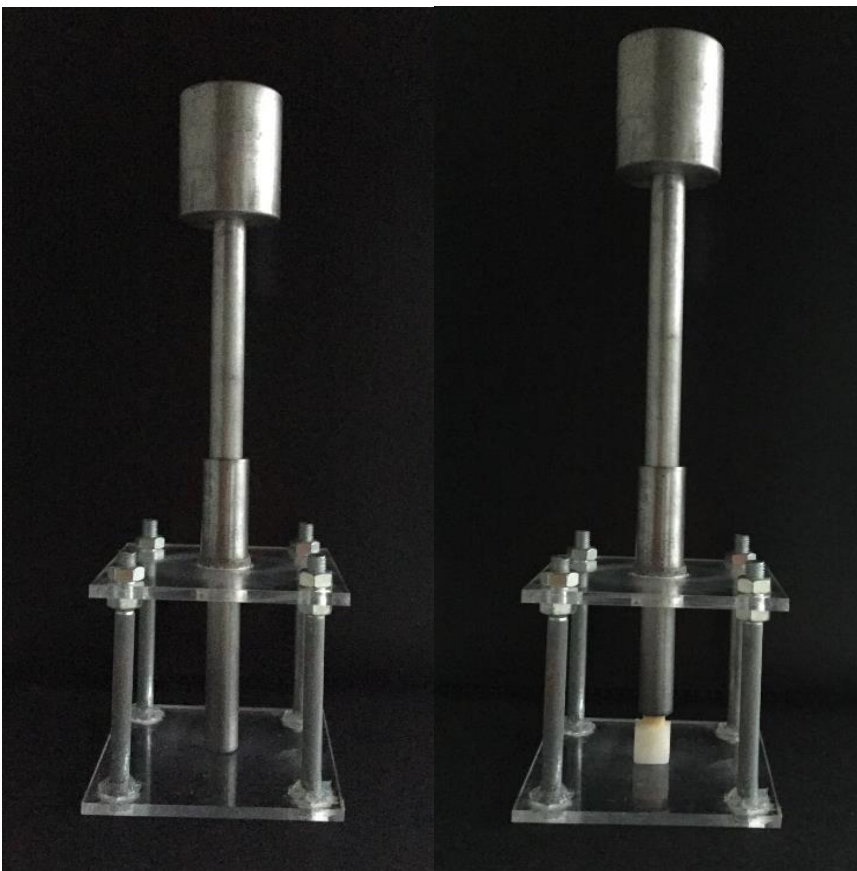
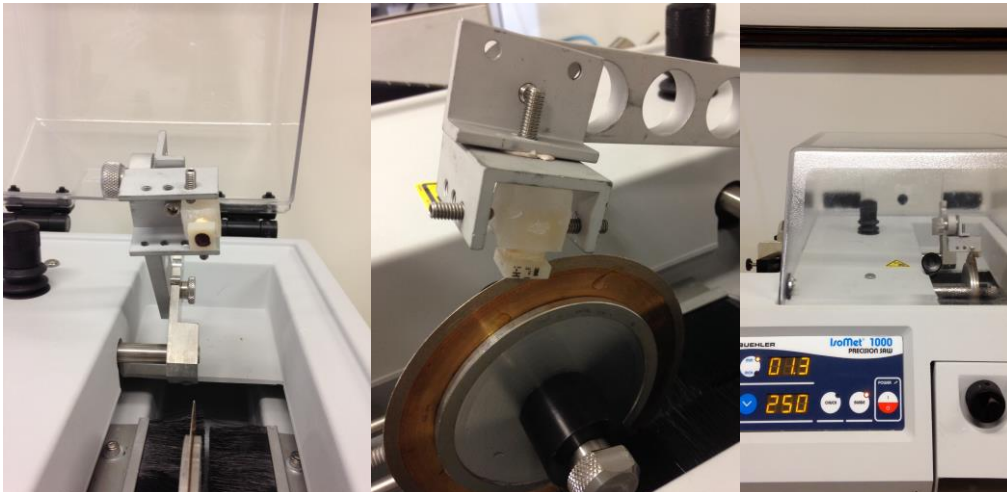


Figura 10A: cuba ultrassônica

Figura 10B: aplicação do silano sobre o bloco nanocerâmico



Figuras 11A e 11B: dispositivo de carga de 1Kg e espécime recebendo a carga



Figuras 12A, 12B, 12C: Espécime instalado em dispositivo para cortes sequenciais nos eixos x e y, com disco diamantado em cortadeira digital de precisão

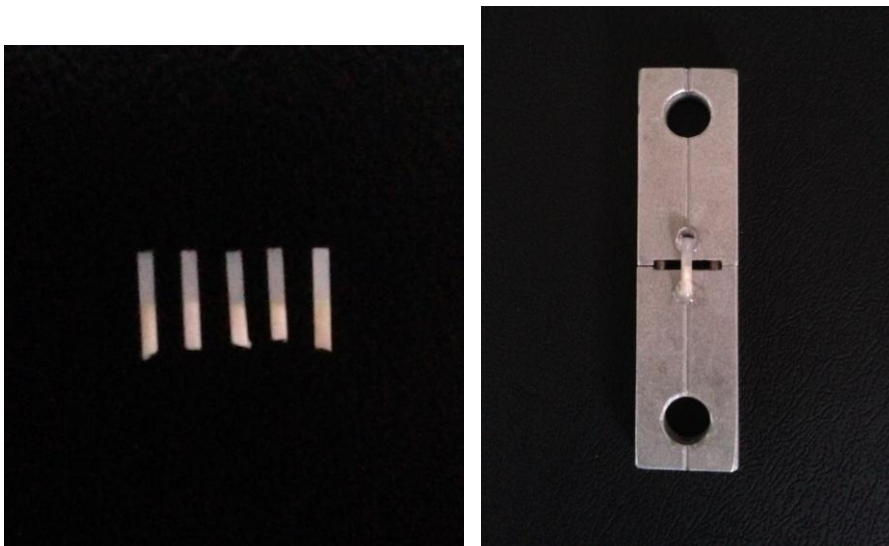
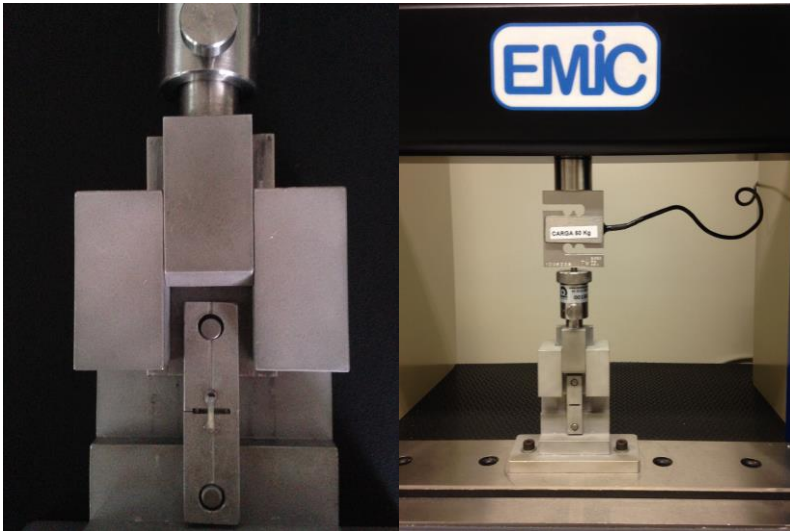


Figura 13A: seleção dos palitos para o teste de microtração

Figura 13B: Colagem do palito na plataforma do dispositivo com cianocrilato



Figuras 14A e 14B: Fotos do dispositivo instalado na máquina universal para o teste de microtração

Anexo C – Comprovante da submissão do artigo (Journal of Dentistry)

● Submission Confirmation for Journal of Dentistry



● **Journal of Dentistry** <eesserver@eesmail.elsevier.com>

Hoje em 22:29 ★

Para evesouza@yahoo.com, evelise.souza@pucpr.br

Dear Dr. Souza,

Your submission entitled "Effect of a co-initiator on the dentin bond strength of different combinations of adhesive systems and dual-cure resin cements" has been received by the Journal of Dentistry.

You will be able to check on the progress of your paper by logging on to Elsevier Editorial System as an author. The URL is <https://ees.elsevier.com/jjod/>.

Your manuscript will be given a reference number once an Editor has been assigned.

Thank you for submitting your work to this journal.

Kind regards,

Journal of Dentistry

Anexo D – Análise estatística I

Descritivas

Resistência Adesiva (Mpa)

Sistema Adesivo	N	Média	Desvio Padrão
Single Bond 2	293	16,8015	9,08458
Single Bond Universal	290	16,9259	9,46944
Total	583	16,8634	9,27025

Teste de Homogeneidade de Variâncias

Resistência Adesiva (Mpa)

Estatística de Levene	gl1	gl2	Valor p
,101	1	581	0,7506

Descritivas

Resistência Adesiva (Mpa)

Co-Iniciador	N	Média	Desvio Padrão
Sem Co-iniciador	383	16,8852	9,07679
Com Co-iniciador	200	16,8215	9,65298
Total	583	16,8634	9,27025

Teste de Homogeneidade de Variâncias

Resistência Adesiva (Mpa)

Estatística de Levene	gl1	gl2	Valor p
2,505	1	581	0,1140

Descritivas

Resistência Adesiva (Mpa)

	N	Média	Desvio Padrão
Cimento Resinoso			
RelyX ARC	292	15,8501	8,56880
RelyX Ultimate	291	17,8801	9,83459
Total	583	16,8634	9,27025

Teste de Homogeneidade de Variâncias

Resistência Adesiva (Mpa)

Estatística de Levene	gl1	gl2	Valor p
5,765	1	581	0,0167

Descritivas

Resistência Adesiva (Mpa)

	N	Média	Desvio Padrão
Tempo			
7 dias	300	18,8610	10,01808
6 meses	283	14,7457	7,88686
Total	583	16,8634	9,27025

Teste de Homogeneidade de Variâncias

Resistência Adesiva (Mpa)

Estatística de Levene	gl1	gl2	Valor p
13,532	1	581	0,0003

Anexo E – Análise estatística II

Testes de efeitos entre sujeitos

Variável dependente: Resistência Adesiva (Mpa)

Origem	Tipo III Soma dos Quadrados	gl	Quadrado Médio	F	Valor p	Poder observado ^b
SistemaAdesivoxCoiniciadorxCimentoResinosoXTempo	5633,519	11	512,138	6,589	0,000000	0,999999
Erro	44382,103	571	77,727			
Total corrigido	50015,622	582				

b. Calculado usando alfa = ,05

Sistema Adesivo x Co-iniciador x Cimento Resinoso x Tempo

Comparações múltiplas

Variável dependente: Resistência Adesiva (Mpa)

Games-Howell

(I) Sistema Adesivo x Co-iniciador x Cimento Resinoso x Tempo	Diferença média (I-J)	Erro	Valor p	Intervalo de Confiança 95%	
				Limite inferior	Limite superior
Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	4,7934	1,51861	0,0851	-,3004	9,8871
Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses					
Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	,5572	1,95225	1,0000	-5,9926	7,1070
Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,6152	1,65944	0,9135	-2,9443	8,1746
Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-,3490	1,87532	1,0000	-6,6361	5,9381
Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	6,2944*	1,56122	0,0059	1,0650	11,5238
Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	5,7226*	1,47050	0,0097	,7906	10,6546

Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	6,0952*	1,68050	0,0222	,4632	11,7271
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-4,0424	1,93859	0,6343	-10,5455	2,4607
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,3118	1,60273	0,9515	-3,0648	7,6885
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-,5998	1,85483	1,0000	-6,8170	5,6174
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	3,6716	1,71707	0,5972	-2,0787	9,4219
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-4,7934	1,51861	0,0851	-9,8871	,3004
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-4,2362	1,84144	0,4849	-10,4342	1,9619
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-2,1782	1,52754	0,9552	-7,3060	2,9496
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-5,1424	1,75968	0,1522	-11,0594	,7747
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	1,5010	1,42022	0,9957	-3,2607	6,2628
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	,9292	1,31985	0,9999	-3,4980	5,3565
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	1,3018	1,55038	0,9995	-3,9059	6,5095
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-8,8358*	1,82695	0,0004	-14,9840	-2,6875
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-2,4815	1,46574	0,8664	-7,4089	2,4459
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-5,3932	1,73782	0,0987	-11,2352	,4489

	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-1,1218	1,58995	0,9999	-6,4580	4,2145
Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-,5572	1,95225	1,0000	-7,1070	5,9926
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	4,2362	1,84144	0,4849	-1,9619	10,4342
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,0580	1,95920	0,9959	-4,5161	8,6321
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-,9062	2,14513	1,0000	-8,0897	6,2773
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	5,7372	1,87673	0,1105	-,5701	12,0445
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	5,1654	1,80197	0,1739	-,9062	11,2370
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	5,5380	1,97707	0,1973	-1,0953	12,1712
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-4,5996	2,20065	0,6308	-11,9684	2,7692
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	1,7546	1,91141	0,9988	-4,6692	8,1785
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-1,1570	2,12723	1,0000	-8,2811	5,9671
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	3,1144	2,00824	0,9218	-3,6175	9,8463
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-2,6152	1,65944	0,9135	-8,1746	2,9443
Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	2,1782	1,52754	0,9552	-2,9496	7,3060
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-2,0580	1,95920	0,9959	-8,6321	4,5161

	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-2,9642	1,88256	0,9138	-9,2769	3,3485
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	3,6792	1,56990	0,4542	-1,5830	8,9415
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	3,1074	1,47972	0,6241	-1,8602	8,0751
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	3,4800	1,68857	0,6510	-2,1816	9,1416
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-6,6576*	1,94559	0,0414	-13,1852	-,1300
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-,3033	1,61120	1,0000	-5,7116	5,1049
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-3,2150	1,86215	0,8513	-9,4582	3,0283
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	1,0564	1,72497	1,0000	-4,7227	6,8356
Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	,3490	1,87532	1,0000	-5,9381	6,6361
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	5,1424	1,75968	0,1522	-,7747	11,0594
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	,9062	2,14513	1,0000	-6,2773	8,0897
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,9642	1,88256	0,9138	-3,3485	9,2769
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	6,6434*	1,79658	0,0184	,6114	12,6754
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	6,0716*	1,71833	0,0311	,2885	11,8547
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	6,4442*	1,90115	0,0451	,0693	12,8190

	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-3,6934	2,13270	0,8490	-10,8351	3,4483
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,6608	1,83277	0,9492	-3,4943	8,8160
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-,2508	2,05686	1,0000	-7,1381	6,6365
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	4,0206	1,93355	0,6383	-2,4574	10,4986
Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-6,2944*	1,56122	0,0059	-11,5238	-1,0650
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-1,5010	1,42022	0,9957	-6,2628	3,2607
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-5,7372	1,87673	0,1105	-12,0445	,5701
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-3,6792	1,56990	0,4542	-8,9415	1,5830
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-6,6434*	1,79658	0,0184	-12,6754	-,6114
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-,5718	1,36865	1,0000	-5,1570	4,0134
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-,1992	1,59214	1,0000	-5,5390	5,1405
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-10,3368*	1,86252	0,0000	-16,5953	-4,0783
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-3,9826	1,50983	0,2752	-9,0500	1,0849
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-6,8942*	1,77517	0,0101	-12,8528	-,9356
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-2,6228	1,63069	0,9018	-8,0880	2,8424

Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-5,7226*	1,47050	0,0097	-10,6546	-,7906
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-,9292	1,31985	0,9999	-5,3565	3,4980
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-5,1654	1,80197	0,1739	-11,2370	,9062
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-3,1074	1,47972	0,6241	-8,0751	1,8602
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-6,0716*	1,71833	0,0311	-11,8547	-,2885
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	,5718	1,36865	1,0000	-4,0134	5,1570
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	,3726	1,50329	1,0000	-4,6782	5,4234
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-9,7650*	1,78716	0,0000	-15,7855	-3,7445
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-3,4108	1,41583	0,4117	-8,1702	1,3486
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-6,3224*	1,69594	0,0172	-12,0283	-,6165
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-2,0510	1,54407	0,9731	-7,2348	3,1328
Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-6,0952*	1,68050	0,0222	-11,7271	-,4632
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-1,3018	1,55038	0,9995	-6,5095	3,9059
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-5,5380	1,97707	0,1973	-12,1712	1,0953
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-3,4800	1,68857	0,6510	-9,1416	2,1816

	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-6,4442*	1,90115	0,0451	-12,8190	-,0693
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	,1992	1,59214	1,0000	-5,1405	5,5390
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-,3726	1,50329	1,0000	-5,4234	4,6782
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-10,1376*	1,96358	0,0001	-16,7248	-3,5503
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-3,7833	1,63287	0,4729	-9,2663	1,6997
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-6,6950*	1,88093	0,0275	-13,0012	-,3888
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	-2,4236	1,74523	0,9630	-8,2718	3,4247
Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	4,0424	1,93859	0,6343	-2,4607	10,5455
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	8,8358*	1,82695	0,0004	2,6875	14,9840
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	4,5996	2,20065	0,6308	-2,7692	11,9684
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	6,6576*	1,94559	0,0414	,1300	13,1852
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	3,6934	2,13270	0,8490	-3,4483	10,8351
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	10,3368*	1,86252	0,0000	4,0783	16,5953
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	9,7650*	1,78716	0,0000	3,7445	15,7855
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	10,1376*	1,96358	0,0001	3,5503	16,7248

	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	6,3542	1,89745	0,0516	-,0218	12,7303
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	3,4426	2,11470	0,8944	-3,6392	10,5244
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	7,7140*	1,99497	0,0104	1,0273	14,4007
Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-2,3118	1,60273	0,9515	-7,6885	3,0648
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	2,4815	1,46574	0,8664	-2,4459	7,4089
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-1,7546	1,91141	0,9988	-8,1785	4,6692
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	,3033	1,61120	1,0000	-5,1049	5,7116
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-2,6608	1,83277	0,9492	-8,8160	3,4943
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	3,9826	1,50983	0,2752	-1,0849	9,0500
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	3,4108	1,41583	0,4117	-1,3486	8,1702
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	3,7833	1,63287	0,4729	-1,6997	9,2663
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-6,3542	1,89745	0,0516	-12,7303	,0218
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-2,9116	1,81179	0,9019	-8,9953	3,1720
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	1,3598	1,67048	0,9996	-4,2447	6,9642
Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	,5998	1,85483	1,0000	-5,6174	6,8170

	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	5,3932	1,73782	0,0987	-,4489	11,2352
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	1,1570	2,12723	1,0000	-5,9671	8,2811
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	3,2150	1,86215	0,8513	-3,0283	9,4582
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	,2508	2,05686	1,0000	-6,6365	7,1381
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	6,8942*	1,77517	0,0101	,9356	12,8528
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	6,3224*	1,69594	0,0172	,6165	12,0283
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	6,6950*	1,88093	0,0275	,3888	13,0012
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-3,4426	2,11470	0,8944	-10,5244	3,6392
	Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,9116	1,81179	0,9019	-3,1720	8,9953
	Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	4,2714	1,91368	0,5312	-2,1392	10,6820
Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7 dias	-3,6716	1,71707	0,5972	-9,4219	2,0787
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	1,1218	1,58995	0,9999	-4,2145	6,4580
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-3,1144	2,00824	0,9218	-9,8463	3,6175
	Single Bond 2 / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-1,0564	1,72497	1,0000	-6,8356	4,7227
	Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7 dias	-4,0206	1,93355	0,6383	-10,4986	2,4574

Single Bond 2 / Com Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	2,6228	1,63069	0,9018	-2,8424	8,0880
Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	2,0510	1,54407	0,9731	-3,1328	7,2348
Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 6 meses	2,4236	1,74523	0,9630	-3,4247	8,2718
Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 7dias	-7,7140*	1,99497	0,0104	-14,4007	-1,0273
Single Bond Universal / Sem Co-iniciador / RelyX Ultimate / 6 meses	-1,3598	1,67048	0,9996	-6,9642	4,2447
Single Bond Universal / Com Co-iniciador / RelyX ARC / 7dias	-4,2714	1,91368	0,5312	-10,6820	2,1392

Com base em médias observadas.
O termo de erro é Quadrado Médio (Erro) = 77,727.

*. A diferença média é significativa no nível ,05.

