

PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ
CENTRO DE CIÊNCIAS DA SAÚDE
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ODONTOLOGIA
ÁREA DE CONCENTRAÇÃO DENTÍSTICA

ANDREA FREIRE DE VASCONCELOS

**ESTABILIDADE DE UNIÃO À DENTINA COM O USO DE
SISTEMAS ADESIVOS CONVENCIONAIS E
AUTOCONDICIONANTES**

**Curitiba
2010**

ANDREA FREIRE DE VASCONCELOS

**ESTABILIDADE DE UNIÃO À DENTINA COM O USO DE
SISTEMAS ADESIVOS CONVENCIONAIS E
AUTOCONDICIONANTES**

**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. DR. SÉRGIO VIEIRA

**Curitiba
2010**

Dados da Catalogação na Publicação
Pontifícia Universidade Católica do Paraná

Sistema

V331e 2010	Vasconcelos, Andrea Freire de Estabilidade de união à dentina com o uso de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes / Andrea Freire de Vasconcelos ; orientador: Sérgio Vieira. – 2010. 116 f. : il. ; 30 cm Tese (doutorado) – Pontifícia Universidade Católica do Paraná, Curitiba, 2010 Inclui bibliografias 1. Dentística operatória. 2. Dentina. 3. Adesivos dentários. 4. Resinas compostas. I. Vieira, Sérgio. II. Pontifícia Universidade Católica do Paraná. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. III. Título. CDD 20. ed. – 615.672
---------------	---

Integrado de Bibliotecas – SIBI/PUCPR
Biblioteca Central

*“Seja o que você quer ser,
porque você possui apenas uma vida
e nela só tem uma chance
de fazer aquilo que quer.*

Tenha felicidade bastante para fazê-la doce.

Dificuldades para fazê-la forte.

Tristeza para fazê-la humana.

E esperança suficiente para fazê-la feliz.

As pessoas mais felizes não têm as melhores coisas.

Elas sabem fazer o melhor das oportunidades

que aparecem em seus caminhos.

A felicidade aparece para aqueles que choram.

Para aqueles que se machucam.

Para aqueles que buscam e tentam sempre.

E para aqueles que reconhecem a importância

das pessoas que passam por suas vidas.”

Clarice Lispector

A DEUS, por estar sempre ao meu lado, por me fornecer as oportunidades nos momentos certos da minha vida, por guiar as minhas decisões e por ser a força que me leva a perseverar.

Aos meus pais, VALDEMIR E VERA, pelo amor, incentivo ao estudo e eterna fonte de motivação. Por serem acima de tudo, meus exemplos de caráter e sabedoria. Vocês me ensinaram a não desistir diante das dificuldades e a acreditar na minha capacidade. Tudo o que sou e o que tenho devo a vocês. Com carinho e muita gratidão,

DEDICO

Agradecimentos Especiais

*Ao meu orientador, **Prof. Dr. Sérgio Vieira**, pelo incentivo durante toda a Pós-Graduação. Muito obrigada pela confiança e pela liberdade para realização e execução de projetos, artificios fundamentais para o meu crescimento científico. Agradeço ainda por se preocupar comigo e com o meu futuro, por ser um interlocutor disposto a oferecer estímulo e, principalmente a percorrer novos caminhos. Obrigada pela realização deste sonho! Minha amizade, carinho e admiração.*

“Um excelente educador não é um ser humano perfeito, mas alguém que tem a serenidade para se esvaziar e sensibilidade para aprender.”

Augusto Cury

*Ao **Anderson Eckelberg**, pelo apoio, atenção, carinho e amor. A sua presença foi fundamental para minha saúde afetiva e para a realização deste doutorado. É muito bom poder contar com alguém tão especial! Te amo!*

“O amor atrai, alimenta, seduz. Faz bem, ensina, constrói, edifica. O amor é aquela sensação do primeiro ao último beijo. Aquela certeza que nos obriga a sentir tudo sinceramente, a dizer tudo sinceramente. É o fim dos jogos das paixões juvenis, o início da loucura franca de dizer pra sempre.”

Márcia de Souza Fagundes

*A minha irmã **Érica**, pela sua presença constante, mesmo quando está distante. Obrigada pela sua amizade, pela cumplicidade e apoio incondicional.*

“Algumas vezes na vida, você encontra uma amiga especial. Alguém que muda sua vida simplesmente por estar nela. Alguém que te faz rir até você não poder mais parar. Alguém que faz você acreditar que realmente tem algo bom no mundo. Alguém que te convence que lá tem uma porta destrancada só esperando você abri-la. Isso é uma amizade para sempre.”

Marilyn Monroe

Agradecimentos

Aos professores do Programa de Pós-Graduação, área de concentração Dentística:

Profa. Dra. Evelise Machado de Souza, Prof. Dr. Rodrigo Nunes Rached, Prof. Dr. Rui Fernando Mazur, Prof. Dr. Danilo Biazetto de Menezes Caldas e Profa. Dra. Janaína Bertonceolo de Almeida, que me honraram com seu exemplo de trabalho e sabedoria. Serei eternamente grata a vocês pelos momentos singulares vividos durante o curso.

Ao Prof. Dr. Sergio Aparecido Ignácio, pelo inestimável auxílio na análise estatística deste trabalho.

A Profa. Dra. Margareth Coutinho, pelo incentivo ao ingresso à pós-graduação e por sua amizade sincera. Obrigada pelo estímulo constante, por acreditar em mim e especialmente pelo carinho com que sempre me recebe. Minha eterna admiração, respeito, carinho e gratidão.

A minha família, por ser a minha eterna torcida e vibrar em cada conquista ou sonho realizado. Em especial a minha avó Viomar, pelo seu imenso carinho e exemplo de amor, determinação e perseverança.

Aos meus amigos, pessoas tão especiais que conquistaram o meu coração. Obrigada pelo apoio nos momentos difíceis e alegria compartilhada nas comemorações.

*Aos meus colegas e amigos do curso de Pós-Graduação, obrigada por compartilharem os prazeres, as dificuldades e experiências desta jornada. Em especial a **Luci Regina Pankę Archegas**, companheira de clínica, seminários e artigos. Obrigada pelo seu carinho e sua amizade. Mesmo que tomemos caminhos distintos, nossa amizade perdurará.*

*A secretária da Pós-Graduação, **Neide Borges dos Reis**, não só pela eficiência que executa o seu trabalho, mas também pelo carinho e respeito com que trata a todos, especialmente os pós-graduandos.*

*A **Pontifícia Universidade Católica do Paraná**, pela oportunidade em pertencer ao corpo discente da Pós-Graduação e por permitir que eu fizesse desta instituição a minha segunda casa.*

*A **CAPES**, pela concessão da bolsa de doutorado.*

SUMÁRIO

<i>ARTIGO EM PORTUGUÊS</i>	10
Página Título	11
Resumo	12
Introdução	14
Materiais e Métodos	17
Discussão	31
Conclusão	37
Agradecimentos	38
Significância Clínica	38
<i>ARTIGO EM INGLÊS</i>	42
<i>ANEXO 1 – NORMAS DA REVISTA</i>	68
<i>ANEXO 2 – PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA</i>	73
<i>APÊNDICE 1 – RESUMOS DA LITERATURA UTILIZADA NA DISCUSSÃO</i>	74
<i>APÊNDICE 2 – FOTOS REFERENTES À METODOLOGIA</i>	103
<i>APÊNDICE 3 – ANÁLISE ESTATÍSTICA</i>	106

ARTIGO EM PORTUGUÊS

Página Título

Estabilidade de união à dentina com o uso de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes

Andrea Freire C.D., Me., Doutoranda

Pontifícia Universidade Católica do Paraná

Programa de Pós-Graduação em Odontologia

R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho

Curitiba – PR – BRASIL

80215-901

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

E-mail: andreavfreire@yahoo.com.br

Sérgio Vieira C.D., Me., Dr.

Professor Titular da Pontifícia Universidade Católica do Paraná

Diretor do Programa de Pós-Graduação em Odontologia da PUCPR

Autor Correspondente:

Sérgio Vieira

Programa de Pós-Graduação em Odontologia

R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho

Curitiba – PR – BRASIL

80215-901

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

E-mail: s.vieira@pucpr.br

Palavras-chave: sistemas adesivos, dentina, longevidade, microtração, interface, estabilidade de união

Resumo

Proposta: Avaliar a estabilidade de união à dentina, nos períodos de 24 h, 1, 3 e 6 meses de armazenamento em água, com a utilização de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. *Materiais e Método:* Foram utilizados 168 terceiros molares extraídos, divididos em seis grupos de acordo com o sistema adesivo utilizado – 1 convencional de 3 passos – Scotchbond Multi-Usado (SBMP), 2 convencionais de 2 passos - Single Bond 2 (SB) e XP Bond (XP), 2 autocondicionantes de 2 passos - Adper SE Plus (AP) e Clearfil SE Bond (CSE) e 1 autocondicionante de passo único – One-Up F Plus (OU). Após obtenção de uma *smear layer* padronizada em dentina, os sistemas adesivos foram aplicados conforme as instruções do fabricante e uma resina composta nanoparticulada foi utilizada para a construção da porção coronária. Após os diferentes períodos de armazenamento em água, os espécimes foram seccionados perpendicularmente à interface adesiva e levados ao teste de microtração. Os dados de resistência de união foram submetidos à Análise de Variância a 2 critérios e Teste de Games-Howell ($\alpha = 0,05$). *Resultados:* A resistência de união em dentina foi afetada pelo sistema adesivo e não pelo tempo de armazenamento. O adesivo OU resultou em grande número de falhas pré-teste, impossibilitando a obtenção de dados nos períodos de 3 e 6 meses. O adesivo XP apresentou os maiores valores de resistência de união, independente do tempo de armazenamento. *Conclusão:* Com exceção do OU, os sistemas adesivos avaliados demonstraram estabilidade de união à dentina nos diferentes períodos de armazenamento.

Introdução

Introdução

O estresse químico e mecânico contínuo no ambiente oral é um desafio a estabilidade da interface de união entre dentina e resina.³⁹ Este envelhecimento pode estar associado a fatores que afetam cada componente individualmente ou de forma sinérgica.⁶ Entre os diferentes fenômenos relacionados à degradação da camada híbrida, alguns são essenciais, como a incompleta infiltração de resina na dentina desmineralizada,^{9,20,36} a degradação enzimática,⁶⁻⁸ a sub-polimerização,^{14,33} a separação de fases dos componentes⁴⁰ e a degradação hidrolítica^{15,32,35,36}. Tais fatores são mais evidentes quando sistemas simplificados são empregados na dentina.⁶

A utilização de sistemas que simplifiquem os passos para a adesão é uma tendência atual. Entretanto, a redução do tempo de aplicação e a eficiência devem caminhar juntas para a obtenção de uma interface adesiva de qualidade que proporcione durabilidade de união às estruturas dentais.³⁷ Nos adesivos autocondicionantes a água é essencial como meio de ionização para ação efetiva do ácido no processo de desmineralização.^{19,38,41} Porém, após a completa reação de ionização, resíduos de água podem permanecer na camada híbrida ou adesiva, acarretando degradação da interface ao longo do tempo.^{6,32,35,38}

Estudos clínicos controlados são considerados ideais para avaliação de sistemas adesivos.³⁹ Contudo, um tempo considerável e grandes recursos são necessários para este tipo de avaliação.³⁸ Associado a isto, os sistemas adesivos evoluem muito rapidamente e, desta forma, um método mais fácil e mais rápido é necessário para estimar a efetividade dos adesivos. Embora a avaliação de resistência de união imediata ou no período de 24 horas seja a mais frequentemente utilizada, somente o envelhecimento da interface pode fornecer informações sobre a degradação da união e, assim, permitir a obtenção de resultados laboratoriais que podem ser correlacionados com dados clínicos.^{6,44} Além dos métodos

quantitativos, a análise da qualidade da interação entre o adesivo e a dentina pode fornecer informações importantes desta interface.²⁹

Atualmente, os fabricantes têm utilizado diferentes estratégias de adesão com a finalidade de aprimorar a união à dentina. Desta forma, a avaliação de vários sistemas adesivos é relevante e gera resultados de grande importância tanto para clínicos quanto para pesquisadores. Com isto, o objetivo deste estudo *in vitro* foi avaliar a estabilidade de união à dentina, nos períodos de 24 h, 1, 3 e 6 meses de armazenamento em água, com a utilização de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes. As hipóteses nulas testadas foram (1) que não haveria diferença entre a resistência de união dos sistemas avaliados nos diferentes tempos de armazenamento e (2) que o armazenamento em água não influenciaria na estabilidade da interface adesiva.

Materiais e
Métodos

Materiais e Métodos

Cento e sessenta e oito dentes terceiros molares humanos foram obtidos após aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Pontifícia Universidade Católica do Paraná e armazenados em cloramina T 0,5% por até 1 mês após a extração.

Preparo dos espécimes

As raízes de cada dente foram incluídas em tubos cilíndricos plásticos até 1 mm da junção amelocementária com uma resina acrílica autopolimerizável. A superfície oclusal do esmalte de cada dente foi removida em cortadeira metalográfica (Struers A/S, Ballerup, Dinamarca) equipada com disco diamantado sob refrigeração (Extec, Enfield, CT, EUA). Em seguida, as superfícies de dentina foram lixadas por 60 s com lixa de carbetto de silício # 600 (3M do Brasil Ltda, Sumaré, SP, Brasil), para criar uma *smear layer* padronizada na superfície coronal.

Os sistemas adesivos avaliados foram: 1 convencional de 3 passos –Scotchbond Multi-Uso (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA), 2 convencionais de 2 passos - Single Bond 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) e XP Bond (Dentsply, Nova Iorque, PA, EUA), 2 autocondicionantes de 2 passos - Adper SE Plus (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) e Clearfil SE Bond (Kuraray Medical Inc., Osaka, Japão) e 1 autocondicionante de passo único – One-Up F Plus (Tokuyama Corp., Tóquio, Japão). A composição de cada sistema, bem como o lote de fabricação estão descritos na Tabela 1. Todos os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as instruções dos fabricantes e fotoativados por 10 s (Radii-cal, SDI, Bayswater, VIC, Austrália). Em seguida, uma resina composta nanoparticulada na cor A2 (Filtek Z350, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) foi acrescentada à superfície em 3 incrementos de 1 mm. Cada incremento foi fotoativado por 40 s com o mesmo aparelho LED. A intensidade de luz

foi monitorada com um radiômetro (Model 100, Kerr Demetron, Danbury, CT, EUA) para que se mantivesse em pelo menos 600 mW/cm².

Tabela 1: Composição e lote dos sistemas adesivos utilizados no estudo

Sistema adesivo <i>(fabricante)</i>	Composição	Lote
Scotbond Multi-Usos-BMP <i>(3M ESPE)</i>	Primer : HEMA, copolímero do ac. Policarboxílico Adesivo: Bis-GMA, HEMA, aminas	8 BT 8 RF
Single Bond 2 - SB <i>(3M ESPE)</i>	Etanol, Bis-GMA, partículas de dimetacrilato tratadas com silano, copolímero do ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano metacrilado	8 RW
XP Bond - XP <i>(Dentisply)</i>	Resina TCB (dimetacrilato Carboxílico Modificado), PENTA (Resina acrílica fosfatada modificada), UDMA, TEGDMA, HEMA, estabilizadores, etil-4-dimetilaminobenzoato, canforoquinona, sílica amorfa funcionalizada, t-butanol	0804002270
Clearfil SE Bond - CSE <i>(Kuraray Medical Inc.)</i>	Primer ácido: 10- MDP, HEMA, dimetacrilato hidrofílico, di-canforoquinona, N.N-Dietanol-p-toluidina, água Adesivo: 10-MDP, bis-GMA, HEMA, dimetacrilato hidrofóbico, di-canforoquinona, N.N-dietanol-p-toluidina, sílica coloidal silanizada	00788A 01144A
Adper SE Plus - AP <i>(3M ESPE)</i>	Líquido A: água HEMA Líquido B: TEGDMA, di-HEMA fosfatos, mono-HEMA fosfato, metacrilato pirofosfatos, tri-HEMA fosfato, ácido fosfórico 6-metacriloxi-hexilesteres, dimetacrilato 1,6-hexanodiol, UDMA, trimetacrilato trimetilolpropano, aminobenzoato etil 4-dimetil, canforoquinona	7AH 7AK
One-Up Bond F Plus - OU <i>(Tokuyama Corp)</i>	Agente A: Monômero de ácido fosfórico, MAC-10, metilmetacrilato Bisfenol A polietoximetacrilato Agente B: HEMA, metilmetacrilato, partículas de vidro fluoroaluminossilicato, borato catalisador, água	054 547

Abreviações: 10-MDP, 10-metacriloxidecil dihidrogênio fosfato; HEMA, 2-hidroxiethyl metacrilato; Bis-GMA, bisfenol A diglicidilmetacrilato; TEGDMA, trietileno glicol-dimetacrilato; MAC-10, metacrililoiloxialquil fosfato ácido; CQ, canforoquinona; MMA, metil metacrilato; UDMA, uretano dimetacrilato; PENTA, ester pentacrilato; TCB, dimetacrilato carboxílico modificado.

Armazenamento dos espécimes

Os dentes foram armazenados anteriormente aos cortes para obtenção dos palitos. Os que foram avaliados no período de 24 horas foram armazenados em água destilada a 37°C e os que permaneceram por um tempo maior, 1, 3 e 6 meses, ficaram armazenados em água destilada contendo azida sódica 0,02% para prevenir o crescimento bacteriano.

Teste de microtração

Após o armazenamento, seis dentes por grupo foram seccionados no sentido perpendicular à interface adesiva nos eixos x e y com disco diamantado em cortadeira metalográfica. Estes cortes formaram palitos com área transversal de aproximadamente 0,8 mm². Cinco palitos da região central de cada dente cortado tiveram suas áreas mensuradas com um paquímetro digital (CD-6 CS, Mitutoyo Corp., Japão), anteriormente à realização do teste.

O teste de microtração envolveu a colagem de cada palito em um dispositivo metálico específico com um adesivo a base de cianocrilato em gel (Adesivo 454, Henkel Loctite, Diadema, SP, Brasil). A força de tração foi aplicada em uma máquina de teste universal (Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil) a uma velocidade de 0,5 mm/min com célula de carga de 50 N.

Análise estatística

Cada dente foi considerado uma unidade amostral ($n=6$) e, assim, todos os espécimes de um mesmo dente deram origem a um só valor. Os resultados foram analisados pelo cálculo da média de resistência de união (MPa) e desvio-padrão de cada grupo. A Análise de Variância a dois critérios foi utilizada, com sistemas adesivos e tempo de armazenamento como fatores levados em consideração. O teste de Games-Howell foi aplicado para

comparações múltiplas entre os grupos. Todos os testes tiveram nível de significância de 0,05.

Análise das superfícies fraturadas

Todos os espécimes fraturados foram examinados com estereomicroscópio (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tóquio, Japão) em uma magnificação de 40X. O modo de falha foi classificado em adesiva/mista, coesiva em dentina ou coesiva em resina composta.

Análise da interface adesiva por Microscopia Eletrônica de Varredura

Para cada grupo, um dente foi preparado para análise em Microscópio Eletrônico de Varredura. O preparo envolveu corte do dente pela metade, lixamento dos espécimes com lixas de carbetto de silício em granulações decrescentes (#600, #800, #1000 e #1200), durante 30 s cada e polimento com pasta de alumina 1 μ por 5 min, seguido de banho de ultra-som em água destilada por 10 min. Os espécimes foram parcialmente descalcificados em solução de ácido fosfórico 36% por 10 s, desproteinizados com solução de hipoclorito de sódio 2% por 60 s e lavados com água destilada. Em seguida, foram desidratados em concentrações crescentes de álcool, 30%, 50%, 70%, 90% e 100%. E então tratados em aparelho de ponto crítico (CPD 030, BAL-TEC, Schalksmühle, Alemanha). Após estes procedimentos, os espécimes foram cuidadosamente colados em *stubs* de alumínio, cobertos com ouro em um metalizador (SCD 030, Balzers Union, Milton Keynes, Reino Unido) e observados em Microscópio Eletrônico de Varredura (JEOL JSM-6360 LV, JEOL Ltd., Tóquio, Japão).

Resultados

Resultados

Os valores de resistência de união para cada grupo estão dispostos na Tabela 2 e no Gráfico 1. A resistência de união em dentina foi afetada pelo sistema adesivo ($p < 0,05$) e não foi pelo tempo de armazenamento ($p > 0,05$). A interação entre ambos os parâmetros foi significativa ($p = 0,00000$). Com base nestes resultados, a primeira hipótese foi rejeitada, pois houve diferenças de acordo com o sistema adesivo empregado nos diferentes tempos de armazenamento.

Tabela 2: Média de resistência de união (MPa) e desvio-padrão (D.P.) obtidos para cada grupo avaliado

Sistema Adesivo	24 horas (MPa±D.P.)	1 mês (MPa± D.P.)	3 meses (MPa± D.P.)	6 meses (MPa± D.P.)
Scotchbond Multi-Usado	23,31±4,98 ^{a,A}	28,42±2,54 ^{a,A}	28,17± 2,52 ^{a,A}	27,92± 2,17 ^{a,b,A}
Single Bond 2	33,60±4,81 ^{a,b,A,B}	32,74±4,00 ^{a,b,A}	28,40± 3,43 ^{a,A,B}	22,91± 1,83 ^{a,B}
XP Bond	34,89±2,67 ^{b,A}	40,89±1,42 ^{b,A}	40,25± 1,87 ^{b,A}	40,00± 0,88 ^{d,A}
Clearfill SE Bond	36,19±5,62 ^{a,b,A}	33,48±2,91 ^{a,A}	39,74± 2,82 ^{b,A}	35,08± 1,30 ^{c,A}
Adper SE Plus	24,01±6,52 ^{a,b,A}	25,63±4,79 ^{a,A}	31,04± 3,22 ^{a,A}	28,65± 2,23 ^{b,A}
One-Up Bond F Plus	30,13±5,06 ^{a,b,A}	28,04±3,57 ^{a,A}	-	-

Valores seguidos pelas mesmas letras, minúsculas em colunas e maiúsculas em linha, não são estatisticamente diferentes de acordo com o teste de Games-Howell ($p > 0,05$).
n = 6 (número de dentes utilizados em cada grupo)

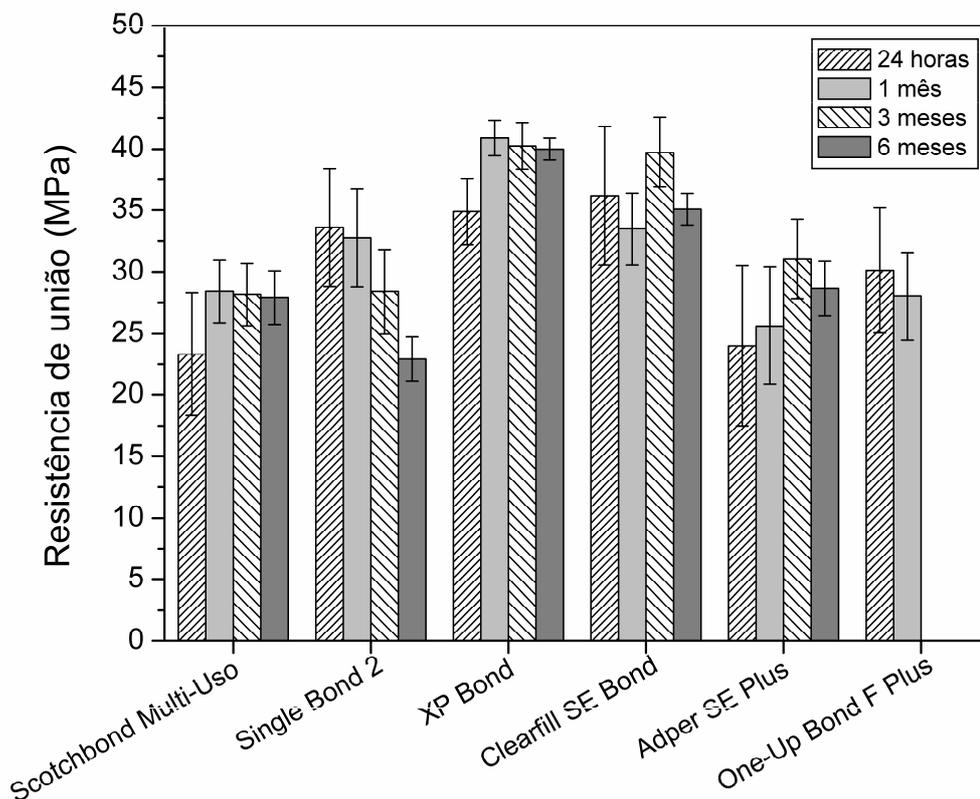


Figura 1: Média de resistência de união (MPa) e desvio-padrão dos sistemas adesivos testados, após armazenamento em água.

O sistema adesivo XP Bond apresentou os maiores valores de resistência de união, independente do tempo de exposição à água. No período de 24 horas, foi encontrada diferença estatística entre este adesivo e o SBMP ($p = 0,04982$). Os outros sistemas foram semelhantes a todos os adesivos testados ($p > 0,05$). Após 1 mês de armazenamento em água, o adesivo XP foi semelhante ao SB ($p = 0,09166$), sendo que este e os demais sistemas adesivos também apresentaram semelhanças estatísticas entre si ($p > 0,05$). Com 3 meses de armazenamento, foi encontrada semelhança entre o XP e CSE ($p = 1$), os quais diferiram dos demais adesivos ($p < 0,05$), com exceção do OU que apresentou falhas prematuras de todos os espécimes. Devido a isto, a resistência de união neste período e também em 6 meses não pôde ser mensurada. Após 6 meses de armazenamento sob efeito da água, o menor valor de resistência de união foi apresentado pelo SB, seguido pelo SBMP, que foi semelhante ao SB

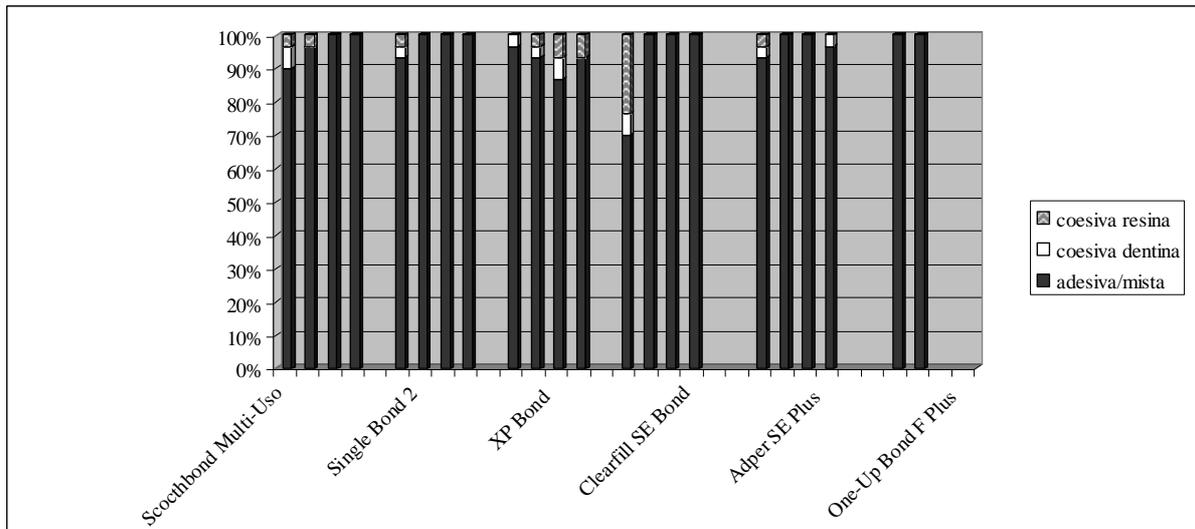
($p = 0,08071$) e também ao AP ($p = 1$). Os maiores valores foram demonstrados pelos sistemas CSE e XP, este último com a mais alta média de resistência de união.

Com relação à estabilidade de união adesiva, os sistemas adesivos SBMP, XP, CSE e AP apresentaram semelhança estatística entre todos os períodos de armazenamento ($p > 0,05$). O SB demonstrou diferença entre 1 mês e 6 meses de armazenamento em água ($p = 0,03679$) mas, semelhança destes períodos com os demais ($p > 0,05$). Desta forma, a segunda hipótese pôde ser aceita, pois a água não exerceu influência na estabilidade da interface adesiva. O adesivo autocondicionante de passo único – OU, apresentou semelhança entre os períodos de 24 h e 1 mês ($p = 0,99999$), mas, nos demais períodos não foi possível a obtenção dos dados de resistência. Devido a isto, entre os sistemas avaliados este foi o que apresentou pior estabilidade de união.

O Gráfico 2 resume o padrão de fratura dos espécimes avaliados. Após armazenamento em água, pelo menos 90% dos espécimes apresentaram falhas adesivas/mistas. Desta forma, poucas falhas puramente coesivas foram detectadas, tais padrões de fratura foram associados a maiores valores obtidos no teste de microtração.

As Figuras 1, 2, 3 e 4 foram utilizadas para ilustrar a formação de união com a dentina empregando os sistemas adesivos avaliados neste estudo.

Gráfico 2: Padrão de fratura para os espécimes testados após 24 horas, 1 mês, 3 meses e 6 meses de armazenamento em água.



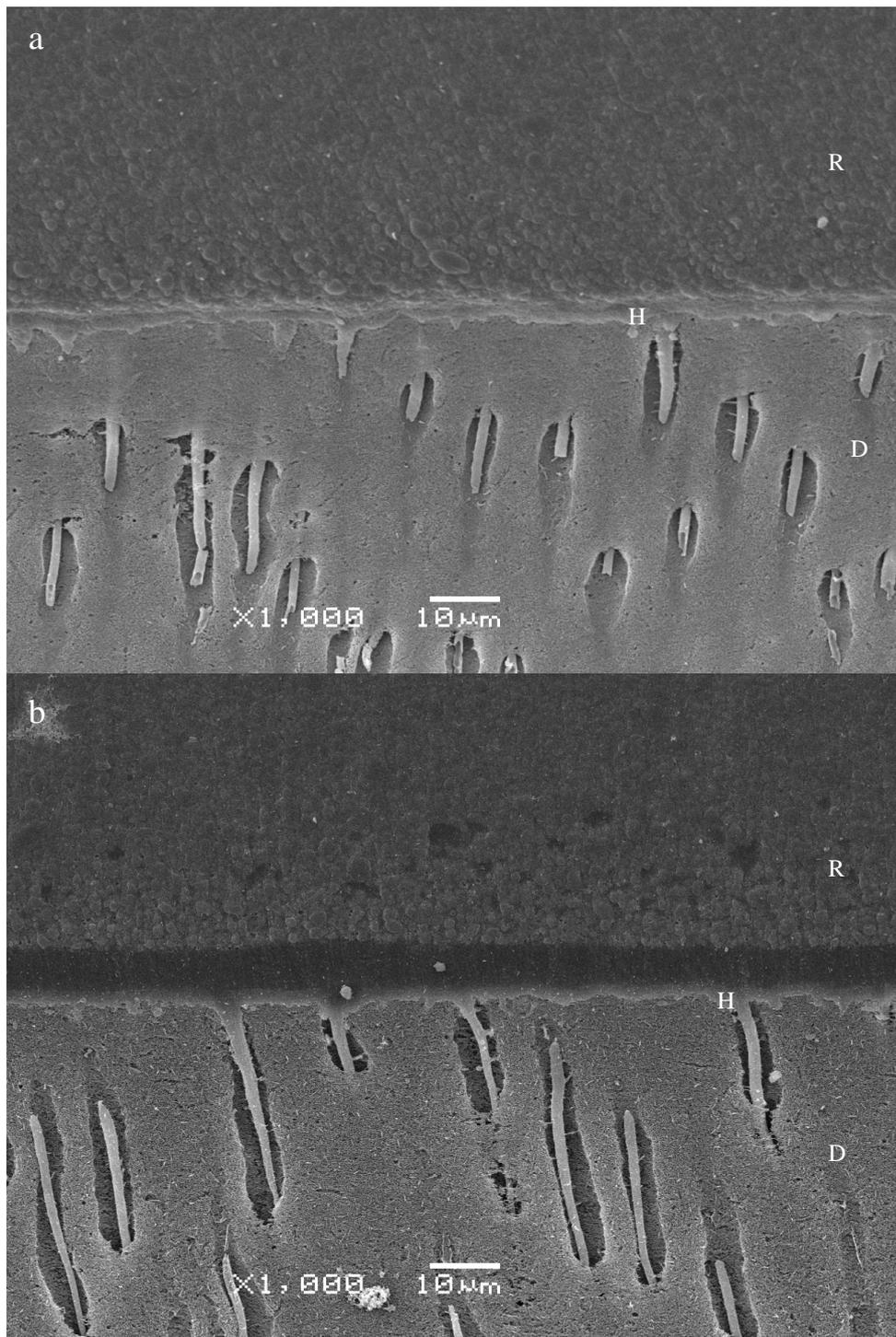


Figura 1: Fotomicrografia da interface adesiva em dentina, com o sistema adesivo XP Bond, após armazenamento em água por (a) 24 horas e (b) 1 mês. R – resina composta, H – camada híbrida, D - dentina

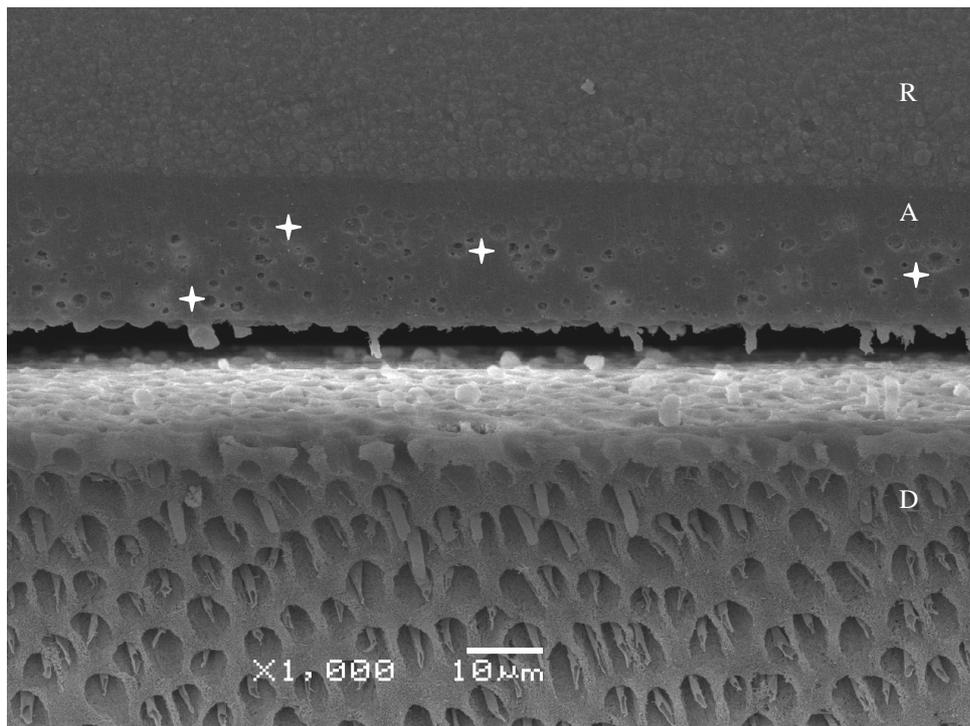


Figura 2: Fotomicrografia da interface adesiva em dentina, com o sistema adesivo Single Bond 2, após armazenamento em água por 6 meses. Notar a presença de defeitos na camada adesiva após 6 meses de armazenamento (estrelas). R – resina composta, A – camada adesiva, D – dentina.

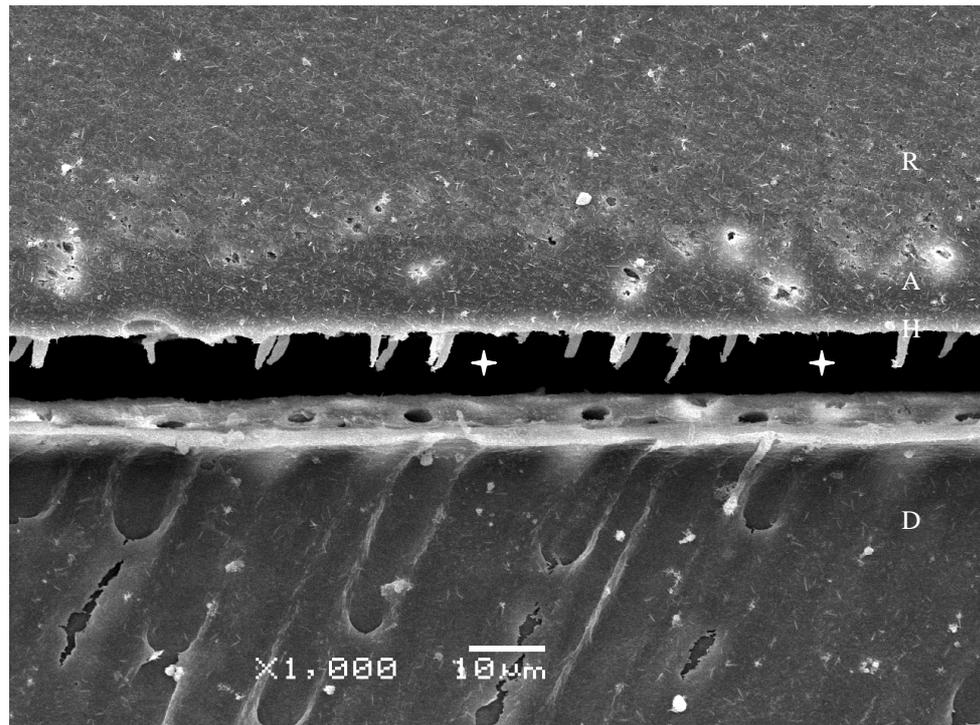


Figura 3: Fotomicrografia da interface adesiva em dentina, com o sistema adesivo One-Up Bond F Plus, após armazenamento em água por 24 horas. Observar a fragilidade da interface dentina/adesivo que parece ter rompido durante o preparo para MEV (estrela). R – resina composta, A – camada adesiva, H- camada híbrida, D – dentina.

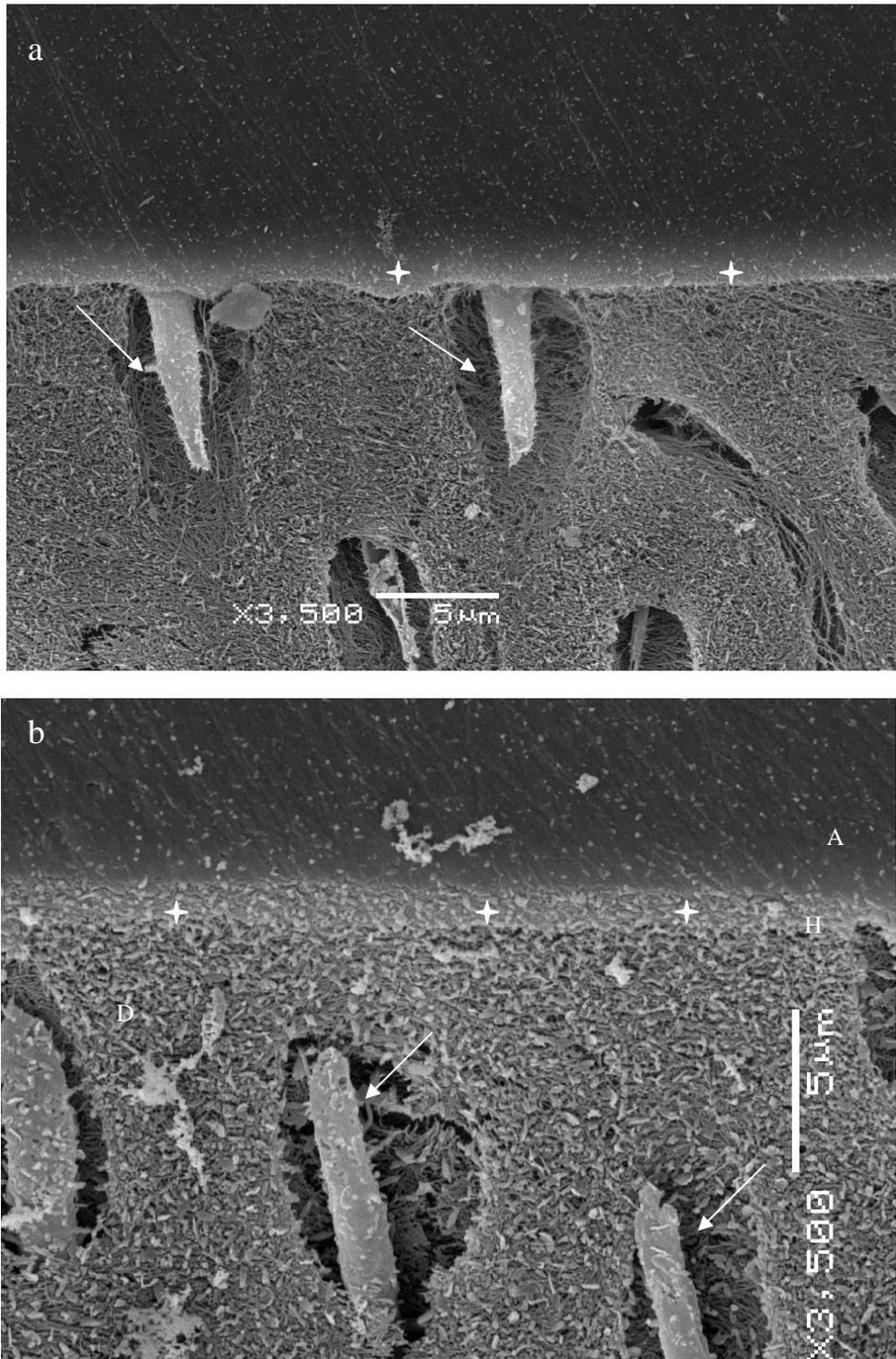


Figura 4: Fotomicrografia da interface adesiva em dentina, com o sistema Adper SE Plus, após armazenamento em água por (a) 1 mês e (c) 6 meses. Observar a integridade da camada híbrida (estrelas). R – resina composta, A – camada adesiva, H- camada híbrida, D – dentina.

Discussão

Discussão

A estratégia de união simplificada nos sistemas adesivos convencionais está relacionada à alta degradação da interface adesiva a longo prazo.^{6,35} Entretanto, o sistema adesivo convencional de 2 passos XP Bond apresentou os maiores valores de resistência de união, independente do tempo de armazenamento em água. Este resultado favorável pode ser atribuído ao solvente butanol terciário, que é totalmente miscível em água e em resinas polimerizáveis. Este componente pode promover a interação do adesivo com o substrato úmido e ainda permitir um aumento do conteúdo de resina no adesivo (informação obtida pelo fabricante). O butanol terciário apresenta uma pressão de vapor semelhante ao etanol, mas com melhor estabilidade em relação à reação química com os monômeros.⁴¹ Adicionalmente, foi demonstrado por espectroscopia Micro-Raman uma completa infiltração dos monômeros resinosos na zona de dentina desmineralizada e também uma interação química do XP bond com a hidroxiapatita presente na estrutura dentinária, o que resultou na formação de complexos de fosfato de cálcio.²⁴ A qualidade da camada híbrida deste sistema adesivo pode ser verificada na Figura 1, onde foi possível visualizar uma adequada penetração dos monômeros resinosos.

Os monômeros PENTA e TCB são considerados ao mesmo tempo monômeros funcionais e de ligação cruzada.⁴¹ A presença destes, em uma concentração em torno de 20% e 10%, respectivamente, pode ser considerada uma vantagem na composição química do sistema adesivo XP Bond. Normalmente, monômeros funcionais formam polímeros lineares, ao contrário de monômeros de ligação cruzada que formam polímeros com ligações cruzadas entre as cadeias, fornecendo melhores propriedades de resistência mecânica.¹ A presença dos monômeros TEGDMA e UDMA também pôde contribuir para uma maior densidade da rede polimérica e taxa de conversão quando comparado aos demais sistemas.⁴¹ Essas

características podem explicar os bons resultados do XP Bond nesta pesquisa e também em estudos prévios.^{4,11,16,24,27,28,29,34}

Com relação à estabilidade, o sistema adesivo Single Bond 2, apresentou semelhanças nos períodos de 24 horas, 3 e 6 meses mas, diferiu entre 1 e 6 meses. No gráfico é possível observar uma tendência à queda na resistência de união deste sistema. Assim como as imagens de MEV (Figura 2c) mostraram a presença de pequenas bolhas na camada adesiva somente após 6 meses sob efeito da água, o que pode ser atribuído à sorção de água pelo ácido poliácrico presente na composição do SB. Padrões semelhantes foram encontrados em microscopia eletrônica de transmissão (MET) e foram associados ao copolímero do ácido polialquenoico.^{32,35} Embora o ácido poliácrico tenha demonstrado pequena união com a hidroxiapatita,¹² sua capacidade de absorver água é muito alta e estas regiões podem ser acometidas por uma maior concentração de tensões, o que pode contribuir para redução da resistência de união. Adicionalmente, a hidrofília dos componentes do sistema adesivo pode ocasionar a hidrólise do silano e assim permitir que partículas de carga sejam soltas da matriz polimérica.^{14,39} Desta forma, defeitos na estrutura da interface adesiva sugerem maior propagação de trincas e conseqüentemente, menor tenacidade à fratura.

Partículas de carga são incorporadas aos sistemas adesivos com a finalidade de aumentar a viscosidade, melhorar as propriedades mecânicas e também permitir uma maior radiopacidade.²⁶ São utilizadas também para elevar a resistência de união em dentina pela penetração de nanopartículas dentro dos túbulos dentinários, reduzindo a contração de polimerização e aumentando o módulo elástico da camada adesiva.³³ Devido a isto, alguns autores indicaram a incorporação de carga aos sistemas adesivos contemporâneos.^{2,10,17,26,33} No presente estudo, o único sistema que não apresenta carga é o SBMP. Os demais contêm cargas de diferentes naturezas. SB, XP e CSE apresentam sílica na sua composição, enquanto AP contém nanopartículas de zircônia e OU vidro de fluoraluminossilicato (Tabela 1).

Entretanto, apesar do SBMP apresentar menor valor de resistência após 24 horas de armazenamento em água, não houve diferença estatística entre este e os demais adesivos dentinários neste período. Em uma pesquisa anterior, a adição de carga nos adesivos não beneficiou parâmetros de adesão como resistência de união, rigidez e tenacidade à fratura.²⁵

Fatores como o tipo e a concentração destas partículas, assim como sua estabilidade coloidal no adesivo interferem diretamente nas propriedades dos sistemas adesivos e ainda não foram bem estabelecidos.³³ Kim et al.²¹ encontraram um significativo aumento na resistência à microtração com a adição de 0,5% de sílica e uma redução quando a concentração desta partículas foi de 3%. Recentemente, foi relatado que 10% de sílica podem melhorar a resistência coesiva do adesivo sem interferir diretamente no grau de conversão do mesmo.¹⁰ Quando a hidroxiapatita foi utilizada como carga, a resistência de união aumentou com a concentração de 0,2% mas, reduziu com concentrações maiores.³³ A incorporação de 0,5% de nanocerâmica ao polimetil metacrilato (PMMA) dentro de um sistema adesivo experimental aumentou a um nível ótimo a resistência ao cisalhamento em dentina, entretanto, reduziu com um maior conteúdo desta carga.² Em um estudo experimental prévio, a alta concentração, 20% em peso, de nanopartículas de zircônia no adesivo SBMP foi mais eficiente no aumento da resistência de união quando incorporada ao primer.²⁶ Concentração e tamanho semelhante desta carga foram incorporadas ao sistema adesivo Adper SE Plus, o qual, em todos os períodos avaliados neste trabalho, demonstrou semelhanças com o SBMP.

Desta forma, existe uma linha tênue entre a melhora nas propriedades de adesão e falhas catastróficas relacionadas ao tipo, tamanho e concentração de partículas de carga. Primeiramente, a adição de partículas maiores que o espaço interfibrilar, em torno de 20 nm, pode levar a um acúmulo destas no topo da dentina desmineralizada e assim dificultar a infiltração dos monômeros resinosos²¹ e a evaporação do solvente.^{25,26,36} Mesmo quando nanopartículas foram incluídas no sistema adesivo, foi encontrada aglomeração destas com a

formação de “clusters”, o que gerou o mesmo problema que com partículas maiores.^{26,33} Em um estudo de nanoinfiltração, a análise fractográfica evidenciou regiões de fibras colágenas desmineralizadas e não infiltradas por monômeros dentro da camada híbrida, mais evidente quando partículas de sílica e vidro de fluorossilicato foram utilizadas.³⁶ Isto pode estar relacionado às falhas prematuras que ocorreram com o sistema One-Up Bond F Plus.

A presença do alumínio no OU pode ter implicado negativamente na sua profundidade de cura. Além disto, a liberação de íons flúor, da carga de fluorossilicato, da matriz polimerizada pode ocorrer somente na presença de água, ou seja, depende diretamente da capacidade de sorção do adesivo.¹⁷ A presença de água na composição do OU, assim como dos monômeros HEMA, MMA, MAC-10 e também monômeros do ácido fosfórico, tornaram a matriz altamente hidrófila, o que permite a ionização necessária para liberação de flúor.^{17, 23} Entretanto, a alta sorção deste sistema pode ser a responsável pelo seu menor desempenho entre todos os sistemas avaliados. A alta hidrofília do adesivo OU foi confirmada em uma pesquisa que detectou alto padrão de nanoinfiltração após 3 e 6 meses de armazenamento em água.³² “Water-trees” foram observadas da camada híbrida para dentro da camada adesiva, porém, o armazenamento em óleo resultou em redução de nanoinfiltração após 3 e 6 meses.³² Em um estudo que avaliou a sorção de água de diversos sistemas autocondicionantes de passo único, o OU apresentou maior sorção, o que foi altamente correlacionado com a redução da resistência a tração deste sistema adesivo ($R^2 = 0,90$).¹⁵ Ainda com relação aos autocondicionantes de passo único, estudos detectaram uma zona de incompleta infiltração de monômeros resinosos na camada híbrida,^{20,39} o que pode favorecer a degradação enzimática⁶ e desta forma contribuir para falhas na interface deste sistema adesivo.

Os melhores resultados a partir 3 meses de armazenamento foram apresentados pelos sistemas adesivos XP e CSE. De acordo com o que foi discutido anteriormente, tal

desempenho pode ser atribuído à estabilidade hidrolítica e também interação química com a dentina. A eficácia da união do monômero 10-MDP, presente no CSE, com a hidroxiapatita presente nas fibrilas colágenas parcialmente desmineralizadas foi demonstrada anteriormente, assim como a estabilidade desta união em ambiente aquoso.^{42,45} Tal interação com a dentina foi diretamente relacionada a altos valores de microtração^{18,42} e baixo padrão de nanoinfiltração.³²

Uma importante característica dos sistemas autocondicionantes de 2 passos, que pode contribuir para melhores resultados quando comparados aos de passo único, é a formação de uma camada de resina hidrófoba sobre o primer, o que pode reduzir a sorção de água,²² já que a presença desta na camada adesiva pode gerar falhas catastróficas e prejudicar a longevidade da união adesiva.³¹ O Adper SE Plus é um novo sistema adesivo autocondicionante de 2 passos, que utiliza uma estratégia de adesão diferente dos demais que não inclui a água na camada mais superficial. De acordo com os resultados desta pesquisa, este sistema demonstrou estabilidade de união, nos diferentes tempos de avaliação (Gráfico 1 e Tabela 2). Estes resultados foram semelhantes aos obtidos pelo SBMP, que é um sistema convencional de 3 passos com comprovada longevidade clínica.

A composição dos sistemas adesivos é uma mistura complexa de componentes químicos e o conhecimento destes é o fator chave para a compreensão do que ocorre na interface adesiva.⁴¹ Altos valores imediatos de resistência de união não estão sempre relacionados à longevidade e, conseqüentemente, ao sucesso clínico a longo prazo.

Conclusão

Conclusão

De acordo com os resultados obtidos neste estudo *in vitro*, pode-se concluir que houve estabilidade de união à dentina nos diferentes períodos de armazenamento dos sistemas adesivos avaliados. Os maiores valores de resistência de união, ao longo do tempo, foram demonstrados pelo sistema convencional de 2 passos, XP Bond e também pelo autocondicionante de 2 passos, Clearfil SE Bond. O sistema autocondicionante de passo único, One-Up Bond F Plus, mostrou instabilidade de união quando exposto à água por um período superior a 1 mês.

Agradecimentos

Este estudo foi suportado pela CAPES, Brasil. Os autores agradecem ao Centro de Microscopia Eletrônica da Universidade Federal do Paraná.

Significância Clínica

A estabilidade de união à dentina é fortemente influenciada pela formulação específica do adesivo e para alcançar o sucesso clínico a longo prazo não basta saber qual estratégia de união foi utilizada, mas sim conhecer o sistema adesivo empregado.

Referências

1. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001;109:282-5.
2. Atai M, Solhi L, Nodehi A, Mirabedini SM, Kasraei S, Akbari K, Babanzadeh S. PMMA-grafted nanoclay as novel filler for dental adhesives. *Dent Mater.* 2009;25:339-47.
3. Blunck U, Knitter K, Jahn KR. Six-month clinical evaluation of XP BOND in noncarious cervical lesions. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:265-8.
4. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24:90-101.
5. Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, Pashley DH, Tjäderhane L. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res.* 2007;86:90-4.
6. Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, Reis AF, Hebling J, Mazzoni A, Breschi L, Pashley D. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res.* 2007;86:529-33.
7. Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials.* 2005;26:1035-42.
8. Conde MC, Zanchi CH, Rodrigues-Junior SA, Carreño NL, Ogliari FA, Piva E. Nanofiller loading level: Influence on selected properties of an adhesive resin. *J Dent.* 2009;37:331-5.

9. D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, Caputi S. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*. 2009 Apr;11:109-15.
10. Fukuda R, Yoshida Y, Nakayama Y, Okazaki M, Inoue S, Sano H, Suzuki K, Shintani H, Van Meerbeek B. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin. *Biomaterials*. 2003;24:1861-7.
11. Hashimoto M. A review--micromorphological evidence of degradation in resin-dentin bonds and potential preventional solutions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010;92:268-80.
12. Hosaka K, Nakajima M, Takahashi M, Itoh S, Ikeda M, Tagami J, Pashley DH. Relationship between mechanical properties of one-step self-etch adhesives and water sorption. *Dent Mater*. 2010;26:360-7.
13. Howard K, Söderholm KJ. Fracture toughness of two dentin adhesives. *Dent Mater*. 2010;26:1185-92.
14. Ikemura K, Tay FR, Kouro Y, Endo T, Yoshiyama M, Miyai K, Pashley DH. Optimizing filler content in an adhesive system containing pre-reacted glass-ionomer fillers. *Dent Mater*. 2003;19:137-46.
15. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2005;84:1160-4.
16. Kanehira M, Finger WJ, Ishihata H, Hoffmann M, Manabe A, Shimauchi H, Komatsu M. Rationale behind the design and comparative evaluation of an all-in-one self-etch model adhesive. *J Dent*. 2009;37:432-9.
17. Kim J, Mai S, Carrilho MR, Yiu CK, Pashley DH, Tay FR. An all-in-one adhesive does not etch beyond hybrid layers. *J Dent Res*. 2010;89:482-7.
18. Kim JS, Cho BH, Lee IB, Um CM, Lim BS, Oh MH, Chang CG, Son HH. Effect of the hydrophilic nanofiller loading on the mechanical properties and the microtensile bond strength of an ethanol-based one-bottle dentin adhesive. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005;72:284-91.
19. King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, García-Godoy F, Sunico M. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent*. 2005;18:126-34.
20. Kirsten GA, Takahashi MK, Rached RN, Giannini M, Souza EM. Microhardness of dentin underneath fluoride-releasing adhesive systems subjected to cariogenic challenge and fluoride therapy. *J Dent*. 2010;38:460-8.
21. Lattaa MA. Shear bond strength and physicochemical interactions of XP Bond. *J Adhes Dent*. 2007;9 Suppl 2:245-8.

22. Lee YK, Pinzon LM, O'Keefe KL, Powers JM. Effect of filler addition on the bonding parameters of dentin bonding adhesives bonded to human dentin. *Am J Dent.* 2006;19:23-7.
23. Lohbauer U, Wagner A, Belli R, Stoetzel C, Hilpert A, Kurland HD, Grabow J, Müller FA. Zirconia nanoparticles prepared by laser vaporization as fillers for dental adhesives. *Acta Biomater.* 2010;6:4539-46.
24. Manhart J, Trumm C. Marginal adaptation of an etch-and-rinse adhesive with a new type of solvent in class II cavities after artificial aging. *Clin Oral Investig.* 2009 Nov 24. [In press].
25. Manhart J, Trumm C. Microleakage of XP Bond in Class II cavities after artificial aging. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:261-4.
26. Margvelashvili M, Goracci C, Beloica M, Papacchini F, Ferrari M. In vitro evaluation of bonding effectiveness to dentin of all-in-one adhesives. *J Dent.* 2010;38:106-12.
27. Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR, Toledano M. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation. *J Dent.* 2008;36:163-9.
28. Reis AF, Giannini M, Pereira PN. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater.* 2007;23:1164-72.
29. Sadat-Shojai M, Atai M, Nodehi A, Khanlar LN. Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: Synthesis and application. *Dent Mater.* 2010;26:471-82.
30. Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B, De Munck J. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent.* 2010;35:94-104.
31. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--déjà vu? *Oper Dent.* 2005;30:561-79.
32. Tay FR, Pashley DH, Yiu C, Cheong C, Hashimoto M, Ito K, Yoshiyama M, King NM. Nanoleakage types and potential implications: evidence from unfilled and filled adhesives with the same resin composition. *Am J Dent.* 2004;17:182-90.
33. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent.* 2002;4:91-103.
34. Ulker M, Ozcan M, Sengün A, Ozer F, Belli S. Effect of artificial aging regimens on the performance of self-etching adhesives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;93:175-84.
35. Van Landuyt KL, De Munck J, Mine A, Cardoso MV, Peumans M, Van Meerbeek B. Filler debonding & subhybrid-layer failures in self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2010;89:1045-50.

36. Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2009;11:175-90.
37. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007;28:3757-85.
38. Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res.* 2008;87:757-61.
39. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28:215-35.
40. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010;26:e100-21.
41. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res.* 2004;83:454-8.

ARTIGO EM INGLÊS

Stability of dentine bonds with the use of conventional and self-etching adhesive systems

Andrea Freire, DDS, MDS, PhD student

School of Dentistry, Pontifical Catholic University of Parana.

Programa de Pos-graduação em Odontologia

R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho

Curitiba – PR – BRAZIL

80215-901

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

E-mail address: andreavfreire@yahoo.com.br

Sergio Vieira DDS, MDS, PhD

Chair and Professor, School of Dentistry, Pontifical Catholic University of Parana.

Corresponding Author:

Sérgio Vieira

Programa de Pós-Graduação em Odontologia

R. Imaculada Conceição, 1155, Prado Velho

Curitiba – PR – BRAZIL

80215-901

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

E-mail address: s.vieira@pucpr.br

Keywords: adhesive systems, dentin, longevity, microtensile, interface, bond stability

Abstract

Purpose: To evaluate the stability of dentine bonds at 24 hours, and 1, 3 and 6 months of storage in water when using conventional and self-etching adhesive systems. *Materials and Methods:* In total, the study used 168 extracted third molars that were divided into six groups according to the adhesive system used: Adper Scotchbond Multi-Purpose, Adper Scotchbond XT 1, XP Bond, Clearfil SE Bond, Adper Scotchbond SE or One-Up Bond F Plus. After obtaining a standardised dentine smear layer, the adhesive systems were applied according to the manufacturer's instructions, and a nanofilled resin composite was selected to build the crowns. After being stored in water for different amounts of time, the specimens were sectioned perpendicular to the adhesive interface and then subjected to a microtensile test. The bond strength data were subjected to two-way ANOVA and the Games-Howell test ($\alpha = 0.05$). *Results:* The dentine bond strength was affected by the adhesive system, but not by storage time. One adhesive, One-Up Bond F Plus, resulted in a large number of pre-test failures that precluded the collection of data at 3 and 6 months. The 2-step conventional adhesive XP Bond had the highest values regardless of storage time. *Conclusion:* With the exception of the single-step self-etching adhesive, the adhesive systems tested revealed dentine bond stability at the different storage times.

Introduction

Continuous chemical and mechanical stress in the oral environment is a challenge to maintaining the stability of the dentine-resin interface³⁹ This aging may also be associated with factors that affect each component individually or synergistically.⁶ Among the different phenomena related to the degradation of the hybrid layer, some are pivotal, as the incomplete resin infiltration of demineralised dentine^{9,20,36} enzyme degradation⁶⁻⁸ under curing^{14,33} phase separation of components⁴⁰ and hydrolytic degradation^{15,32,35,36}. These factors are more evident when simplified systems are used.⁶

There is a current trend to use systems that simplify adhesion steps. However, reduced application time and efficiency must be balanced to obtain a high-quality adhesive interface and bond durability to dental structures.³⁷ In self-etching adhesives, water is essential as an

ionization medium for effective acidic action on the process of demineralization.^{19,38,41} However, after a complete ionization reaction, water residue may remain in the hybrid or adhesive layers, leading to degradation of the interface over time .^{6,32,35,38}

Controlled clinical studies are considered ideal for the assessment of adhesive systems.³⁹ Nevertheless, a considerable amount of time and resources are necessary for this type of assessment.³⁸ Additionally, adhesive systems evolve very rapidly, such that there is a need for a fast and easy way to estimate the effectiveness of adhesives. Although the evaluation of bond strength immediately and at 24 hours are the most frequently used methods, only an aging process can provide information regarding the degradation of the bond and thus allow for the collection of laboratory results that can be correlated with clinical data.^{6,44} In addition to quantitative methods, an analysis of the quality of interaction between the adhesive and dentine can also provide important information about the interface.²⁹

Presently, manufacturers have used different adhesion strategies to improve the dentine bond. Therefore, the evaluation of several adhesive systems is relevant and yields very important results for clinicians and researchers. Consequently, the objective of this *in vitro* study was to assess the stability of the dentine bond at 24 hours, 1, 3 and 6 months of storage in water when using conventional and self-etching adhesive systems. The null hypotheses tested were (1) that there would be no differences in bond strength according to storage times, and that (2) water storage does not influence the stability of the adhesive interface.

Materials and Methods

One-hundred sixty-eight human third molars were obtained after approval by the Research Ethics Committee from the Pontifical Catholic University of Parana and stored in 0.5% chloramine T for up to 1 month after extraction.

Specimen preparation

The roots of each tooth were included into of a autopolymerising acrylic resin as high as 1 mm from the cemento-enamel junction in cylindrical plastic tubes. The occlusal surface of the enamel of each tooth was removed using a metallographic cutter (Struers A/S, Ballerup, Denmark) equipped with a cooled diamond saw (Extec, Enfield, CT, USA). Subsequently, the dentine surfaces were polished for 60 s with silicon carbide sandpaper #600 (3M do Brasil Ltda, Sumaré, SP, Brazil) to produce a standardized smear layer of the crown surface.

The adhesive systems evaluated were 1 conventional 3-step system - Adper Scotchbond Multipurpose (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), 2 conventional 2-step systems - Adper Scotchbond 1 XT (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) and XP Bond (Dentsply, York, PA, USA), 2 self-etching 2-step systems – Adper Scotchbond SE (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) and Clearfil SE Bond (Kuraray Medical Inc., Osaka, Japan) and 1 single-step self-etching system - One-Up F Plus (Tokuyama Corp., Tokyo, Japan). The composition of each adhesive system, and their batch numbers, are described in Table 1. All of the adhesive systems were applied in accordance with the manufacturer's instructions and photoactivated for 10 s (Radium-cal, SDI, Bayswater, VIC, Australia). Then, a nanofilled resin composite in the shade A2 (Filtek Supreme XTE, 3M ESPE, St. Paul, MN, USA) was added to the surface in 3 increments of 1 mm. Each increment was photoactivated for 40s with the same LED

equipment. Light intensity was monitored with a radiometer (Model 100, Kerr Demetron, Danbury, CT, USA) to at least 600 mW/cm².

Specimen storage

The teeth were storage before of obtain the sticks. The assessed at 24 hours were stored in distilled water at 37°C and those teeth that had a longer assessment time (1, 3 and 6 months) remained stored in distilled water with 0.02% sodium azide to prevent bacterial growth.

Microtensile test

After storage, six teeth per group were sectioned perpendicular to the adhesive interface in the *x* and *y* axis using a diamond saw in a metallographic cutter. These cuts formed sticks with a cross-sectional area of approximately 0.8 mm². Five sticks from the central region of every cut tooth had their areas measures with a digital calliper (Mitutoyo Corp., Japan) before performing the test.

The microtensile test involved binding each stick to a specific metallic device with a gel cyanoacrylate adhesive (Adesivo 454, Henkel Loctite, Diadema, SP, Brazil). The tensile force was applied using a universal tester (Emic, São José dos Pinhais, PR, Brazil) at a velocity of 0.5 mm/min.

Statistical analysis

Each tooth represented a sampling unit (n=6) and every specimen from a single tooth thereby generated a single value. The results were analysed by calculating the average bond strength (MPa) and standard deviation for each group. A two-way ANOVA was used taking

into account the adhesive systems and storage time factors. The Games-Howell test was used for multiple comparisons between groups. All tests had a significance level of 0.05.

Analysis of fractured surfaces

All fractured specimens were examined with a dissecting microscope (Olympus SZ-CTV, Olympus, Tokyo, Japan) under 40X magnification. Failure of the adhesive joints was classified as adhesive/mixed, cohesive fracture in dentine or cohesive fracture in resin composite.

Analysis of adhesive interface by scanning electron microscope

For each group, one tooth was prepared for analysis using a scanning electron microscope. The preparation involved polishing the specimens with silicon carbide sandpaper with decreasing grit (#600, #800, #1000 and #1200) for 30 s each and then polishing with 1 µm alumina paste for 5 min followed by an ultrasonic bath in distilled water for 10 min. The specimens were partially decalcified in 36% phosphoric acid solution for 10 s, deproteinized with a 2% sodium hypochlorite solution for 60 s and washed in distilled water. Subsequently, they were dehydrated in increasing alcohol concentrations (30%, 50%, 70%, 90% and 100%). They were then treated in a critical point apparatus (CPD 030, BAL-TEC, Schalksmühle, Germany). After these procedures, the specimens were carefully bonded to aluminium stubs, sputter-coated with gold (SCD 030, Balzers Union, Milton Keynes, UK) and observed under a scanning electron microscope (JEOL JSM-6360 LV, JEOL Ltd., Tokyo, Japan).

Results

The bond strength values for each group are shown in Table 2 and Figure 1. The dentine bond strength was affected by the adhesive system ($p < 0.05$), but not by storage time ($p > 0.05$). The interaction between both parameters was significant ($p = 0.00000$). With these results, the first hypothesis could be rejected because there were differences at the different storage times according to the adhesive system used.

The XP Bond adhesive showed the highest values for bond strength regardless of the exposure time in water. At 24 hours, statistical differences were found between this adhesive and SBMP ($p = 0.04982$). The other systems were similar for all tested adhesives ($p > 0.05$). After 1 month of storage in water, the XP adhesive was similar to SB ($p = 0.09166$), and SB and the remaining adhesives also showed statistical similarities. At 3 months of storage, XP and CSE were found to be similar ($p = 1$), which differed from the remaining adhesives ($p < 0.05$) with the exception of OU, which showed premature failure in all specimens. As a result, bond strength at this time and at 6 months could not be measured. After 6 months of storage in water, a lower bond strength value was shown by SB, followed by SBMP, which was similar to the SB ($p = 0.08071$) as well as ASE ($p = 1$). The highest values were obtained by CSE and XP; the latter had the highest average bond strength.

In regards to the stability of the adhesive bond, the adhesives SBMP, XP, CSE and ASE were statistically similar for all storage times ($p > 0.05$). The adhesive SB was statistically different between 1 month and 6 months of water storage ($p = 0.03679$), but these times were similar to the remaining times ($p > 0.05$). Therefore, the second hypothesis was supported because water did not influence stability of the adhesive interface. The single-step self-etching adhesive, OU, was similar at 24 hours and 1 month ($p = 0.99999$), but it was not possible to collect bond strength data at the remaining storage times. Consequently, this adhesive had the poorest bond stability among the adhesive systems evaluated.

Figure 2 summarises the fracture patterns of the specimens tested. After water storage, at least 90% of specimens showed adhesive/mixed fractures. Thus, few purely cohesive fractures were detected, and this fracture pattern was associated with higher values during the microtensile test.

Discussion

The simplified bonding strategies of conventional adhesive systems is related to the long-term high degradation of the adhesive interface.^{6,35} Nevertheless, the two-step conventional adhesive system XP Bond showed the highest bond strength values, regardless of the duration of water storage. This favourable result may be attributed to the tertiary butanol solvent, which is completely soluble in water and polymerisable resins. This component can promote the interaction of adhesive with the moist substrate and still allow an increase in resin content in the adhesive (manufacturer information). Tertiary butanol has a similar vapour pressure as ethanol, but with more stability in relation to its chemical reaction with monomers.⁴¹ Additionally, complete infiltration of resin monomers in the demineralised dentine zone was shown by micro-Raman spectroscopy, as well as a chemical interaction of the XP bond with the hydroxyapatite present in the dentine structure, which resulted in the formation of calcium phosphate complexes.²⁴ The quality of the hybrid layer by this adhesive system can be seen in Figure 3; it was possible to visualise an adequate penetration of resin monomers.

The monomers PENTA and TCB are considered both functional and crosslinking monomers.⁴¹ The presence of these monomers at concentrations of 20% and 10% may be an advantage in the chemical composition of the XP Bond adhesive system. Normally, functional monomers form linear polymers in contrast to crosslinking monomers that allow for the formation of polymers with greater mechanical resistance.¹ The presence of the

monomers TEGDMA and UDMA can also contribute to a higher density of the polymer network and a higher conversion rate compared to the other adhesives.⁴¹ These characteristics could explain the good results of the XP Bond in this study and others.^{4,11,16,24,27,28,29,34}

In terms of stability, the Scochtbond XT 1 adhesive was statistically similar at 24 hours, 3 and 6 months, but differed between 1 and 6 months. In the Figure 1, it is possible to observe a downward trend in bond strength for this adhesive. This is seen in the SEM images (Figure 4) by the presence of small bubbles in the adhesive layer after 6 months of exposure to water, which can be attributed to water sorption by the polyacrylic acid that is present in the SB. Similar patterns were found using transmission electron microscopy (TEM) and were associated with the polyalkenoic acid copolymer.^{32,35} Although polyacrylic acid has shown little bonding with hydroxyapatite,¹² its capacity for water sorption is very high, and these regions may be affected by a higher concentration of stress, which may contribute to the reduction of bonding strength. Additionally, the hydrophilicity of the adhesive system components may result in the hydrolysis of silane and thereby allow filler particles to be released from the polymer matrix.^{14,39} Therefore, defects in the adhesive interface structure suggest greater propagation of cracks and, consequently, lower fracture toughness.

Filler particles are incorporated into dental adhesives to increase viscosity, improve mechanical properties and allow for greater radiopacity.²⁶ They are also used to increase dentine bond strength by the penetration of nanoparticles into dentine tubules, thereby reducing polymerization shrinkage and increasing the elastic modulus of the adhesive layer.³³ Thus, some authors have suggested filler loading for contemporary adhesive systems.^{2,10,17,26,33} In this study, the only system that does not have a filler load is SBMP. The others have loads of different natures. SB, XP and CSE have silica as part of their composition, whereas ASE has nanoparticles of zirconia and OU has fluoroaluminosilicate glass (Table 1). However, although SBMP has lower strength values after 24 hours of storage

in water, there was no statistical difference between SBMP and the other dental adhesives during this period. In a previous study, filler addition to the adhesives did not improve adhesion parameters such as bond strength, rigidity and fracture toughness.²⁵

Factors such as the type and concentration of filler particles, as well as its colloidal stability in the adhesive, directly interferes with the properties of adhesive systems and still have not been well established.³³ Kim et al.²¹ found a significant increase in the microtensile bond strength with the addition of 0.5% silica and a reduction when the concentration of these particles was 3%. Recently, it was reported that 10% of silica can improve the cohesive strength of the adhesive without interfering directly with its degree of conversion.¹⁰ When the hydroxyapatite was used as a load, the bond strength increased with the 0.2% concentration, but reduced at higher concentrations.³³ The incorporation of 0.5% PMMA (polymethyl methacrylate) -grafted nanoclay within an experimental adhesive system increased the shear strength of dentin significantly; however, it was reduced with a higher content of the filler load.² In an experimental prior study, the high concentration, 20% by weight of zirconia nanoparticles in the SBMP adhesive, was most efficient for increasing bond strength when incorporated into the primer than into the adhesive.²⁶ Similar concentrations and amounts of this load were incorporated to the Adper Scotchbond SE adhesive system, and it demonstrated similar results as compared to SBMP at all time periods evaluated in this study.

Therefore, there exists a fine line between an improvement in the adhesion properties of adhesives and catastrophic failures related to the type, size and concentration of filler particles. Firstly, the addition of particles that are larger than the interfibrillar space, around 20 nm, could lead to an accumulation of these particles at the top of demineralised dentine and thus hinder the infiltration of resin monomers²¹ and evaporation of the solvent.^{25,26,36} Even when nanoparticles were included in the adhesive system, they were found to be agglomerated with the formation of clusters, which caused the same problem that occurs with

larger particles.^{26,33} In a study of nanoleakage, a fractographic analysis found regions of collagen fibres that were demineralised and not infiltrated by monomers within the hybrid layer; this was more evident when silica and fluoroaluminosilicate glass particles were used.³⁶ This could be related to the premature flaws observed in this study by the One-Up Bond F Plus adhesive system.

The presence of aluminium in OU could have negatively impacted its curing depth. Furthermore, the release of fluoride ions from the fluoroaluminosilicate filler load in the polymer matrix can only occur in the presence of water; that is, it depends directly on the absorptive capacity of the adhesive.¹⁷ The presence of water in the composition of OU, as well as the presence of HEMA, MMA, MAC-10 and phosphoric acid monomers, rendered the matrix highly hydrophilic, which enabled the ionisation necessary for the release of fluoride.¹⁷ However, a high sorption of this system could be responsible for its poorer performance among all the evaluated adhesive systems. The high hydrophilicity of the OU adhesive was confirmed in a study that detected a high standard of nanoleakage after 3 and 6 months of storage in water.³² Water-trees were observed from within the hybrid layer to the inside of the adhesive layer, but storage in oil caused a reduction in nanoleakage after 3 and 6 months.³² In a study that evaluated the water absorption of several single-step self-etching adhesive systems, OU had the highest sorption, which was highly correlated with a reduction in tensile strength of this adhesive system ($R^2 = 0.90$).¹⁵ Also, in relation to single-step self-etching adhesives, studies have detected an area of incomplete infiltration of resin monomers into the hybrid layer^{9,20,39}, which could favour enzymatic degradation and thus contribute to failures at the interface of this adhesive system.

The best results after 3 months of storage were observed for the XP and CSE adhesive systems. According to what has been previously discussed, this performance can be attributed to hydrolytic stability and a chemical interaction with dentine. The effectiveness of the bond

between the 10-MDP monomer, which is present in the CSE adhesive, and the hydroxyapatite that is present in partially demineralised collagen fibres has been previously demonstrated, as well as the stability of this bond in an aqueous environment.^{42,45} This interaction with dentine was directly related to high microtensile values^{18,42} and a low amount of nanoleakage.³²

An important characteristic of the 2-step self-etching adhesive systems that may contribute to better results when compared with single-step adhesives is the formation of a hydrophobic resin layer over the primer, which can reduce water sorption,²² because the presence of this adhesive layer can generate catastrophic failures and affect the longevity of the adhesive bond.³¹ The Adper Scotchbond SE is a new 2-step self-etching adhesive system that uses an adhesion strategy that does not include water in the most superficial layer. According to the results of this study, this adhesive system demonstrated bond stability at the different assessment times (Figure 1 and Figure 6). These results were similar to those obtained by SBMP, which is a 3-step conventional adhesive with clinical longevity improved.

The composition of adhesive systems is a complex mixture of chemical components, and knowing what they are is a key factor in understanding what happens at the adhesive interface.⁴¹ High immediate values of bond strength are not always related to longevity and, consequently, long-term clinical success.

Conclusion

According to the results obtained in this *in vitro* study, it can be concluded that there was bond stability to dentine at the different storage periods for the adhesive systems assessed. The single-step self-etching system, One-Up Bond F Plus, showed bond instability

when exposed to water for longer than 1 month. The highest bond strength values, over time, were exhibited by the 2-step conventional adhesive system, XP Bond, and also by the 2-step self-etching adhesive system, Clearfil SE Bond.

Acknowledgements

This study was supported by CAPES (Brazilian Coordination of Training of Higher Education Graduate), Brazil. The authors would like to thank the Electron Microscope Center of the Federal University of Parana.

Clinical Significance

Dentine bond stability is strongly influenced by the specific formulation of the adhesive. To obtain long-term clinical success, one cannot only know which bonding strategy was used, but the adhesive system employed must also be understood.

References

1. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci.* 2001;109:282-5.
2. Atai M, Solhi L, Nodehi A, Mirabedini SM, Kasraei S, Akbari K, Babanzadeh S. PMMA-grafted nanoclay as novel filler for dental adhesives. *Dent Mater.* 2009;25:339-47.
3. Blunck U, Knitter K, Jahn KR. Six-month clinical evaluation of XP BOND in noncarious cervical lesions. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:265-8.
4. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24:90-101.
5. Carrilho MR, Carvalho RM, de Goes MF, di Hipólito V, Geraldeli S, Tay FR, Pashley DH, Tjäderhane L. Chlorhexidine preserves dentin bond in vitro. *J Dent Res.* 2007;86:90-4.
6. Carrilho MR, Geraldeli S, Tay F, de Goes MF, Carvalho RM, Tjäderhane L, Reis AF, Hebling J, Mazzoni A, Breschi L, Pashley D. In vivo preservation of the hybrid layer by chlorhexidine. *J Dent Res.* 2007;86:529-33.

7. Carvalho RM, Chersoni S, Frankenberger R, Pashley DH, Prati C, Tay FR. A challenge to the conventional wisdom that simultaneous etching and resin infiltration always occurs in self-etch adhesives. *Biomaterials*. 2005;26:1035-42.
8. Conde MC, Zanchi CH, Rodrigues-Junior SA, Carreño NL, Ogliari FA, Piva E. Nanofiller loading level: Influence on selected properties of an adhesive resin. *J Dent*. 2009;37:331-5.
9. D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, Caputi S. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. *J Adhes Dent*. 2009 Apr;11:109-15.
10. Fukuda R, Yoshida Y, Nakayama Y, Okazaki M, Inoue S, Sano H, Suzuki K, Shintani H, Van Meerbeek B. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin. *Biomaterials*. 2003;24:1861-7.
11. Hashimoto M. A review--micromorphological evidence of degradation in resin-dentin bonds and potential preventional solutions. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2010;92:268-80.
12. Hosaka K, Nakajima M, Takahashi M, Itoh S, Ikeda M, Tagami J, Pashley DH. Relationship between mechanical properties of one-step self-etch adhesives and water sorption. *Dent Mater*. 2010;26:360-7.
13. Howard K, Söderholm KJ. Fracture toughness of two dentin adhesives. *Dent Mater*. 2010;26:1185-92.
14. Ikemura K, Tay FR, Kouro Y, Endo T, Yoshiyama M, Miyai K, Pashley DH. Optimizing filler content in an adhesive system containing pre-reacted glass-ionomer fillers. *Dent Mater*. 2003;19:137-46.
15. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. *J Dent Res*. 2005;84:1160-4.
16. Kanehira M, Finger WJ, Ishihata H, Hoffmann M, Manabe A, Shimauchi H, Komatsu M. Rationale behind the design and comparative evaluation of an all-in-one self-etch model adhesive. *J Dent*. 2009;37:432-9.
17. Kim J, Mai S, Carrilho MR, Yiu CK, Pashley DH, Tay FR. An all-in-one adhesive does not etch beyond hybrid layers. *J Dent Res*. 2010;89:482-7.
18. Kim JS, Cho BH, Lee IB, Um CM, Lim BS, Oh MH, Chang CG, Son HH. Effect of the hydrophilic nanofiller loading on the mechanical properties and the microtensile bond strength of an ethanol-based one-bottle dentin adhesive. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2005;72:284-91.
19. King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, García-Godoy F, Sunico M. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent*. 2005;18:126-34.

20. Kirsten GA, Takahashi MK, Rached RN, Giannini M, Souza EM. Microhardness of dentin underneath fluoride-releasing adhesive systems subjected to cariogenic challenge and fluoride therapy. *J Dent.* 2010;38:460-8.
21. Lattaa MA. Shear bond strength and physicochemical interactions of XP Bond. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:245-8.
22. Lee YK, Pinzon LM, O'Keefe KL, Powers JM. Effect of filler addition on the bonding parameters of dentin bonding adhesives bonded to human dentin. *Am J Dent.* 2006;19:23-7.
23. Lohbauer U, Wagner A, Belli R, Stoetzel C, Hilpert A, Kurland HD, Grabow J, Müller FA. Zirconia nanoparticles prepared by laser vaporization as fillers for dental adhesives. *Acta Biomater.* 2010;6:4539-46.
24. Manhart J, Trumm C. Marginal adaptation of an etch-and-rinse adhesive with a new type of solvent in class II cavities after artificial aging. *Clin Oral Investig.* 2009 Nov 24. [In press].
25. Manhart J, Trumm C. Microleakage of XP Bond in Class II cavities after artificial aging. *J Adhes Dent.* 2007;9 Suppl 2:261-4.
26. Margvelashvili M, Goracci C, Beloica M, Papacchini F, Ferrari M. In vitro evaluation of bonding effectiveness to dentin of all-in-one adhesives. *J Dent.* 2010;38:106-12.
27. Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR, Toledano M. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation. *J Dent.* 2008;36:163-9.
28. Reis AF, Giannini M, Pereira PN. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. *Dent Mater.* 2007;23:1164-72.
29. Sadat-Shojai M, Atai M, Nodehi A, Khanlar LN. Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: Synthesis and application. *Dent Mater.* 2010;26:471-82.
30. Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B, De Munck J. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. *Oper Dent.* 2010;35:94-104.
31. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--déjà vu? *Oper Dent.* 2005;30:561-79.
32. Tay FR, Pashley DH, Yiu C, Cheong C, Hashimoto M, Itou K, Yoshiyama M, King NM. Nanoleakage types and potential implications: evidence from unfilled and filled adhesives with the same resin composition. *Am J Dent.* 2004;17:182-90.
33. Tay FR, Pashley DH. Dental adhesives of the future. *J Adhes Dent.* 2002;4:91-103.

34. Ulker M, Ozcan M, Sengün A, Ozer F, Belli S. Effect of artificial aging regimens on the performance of self-etching adhesives. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2010;93:175-84.
35. Van Landuyt KL, De Munck J, Mine A, Cardoso MV, Peumans M, Van Meerbeek B. Filler debonding & subhybrid-layer failures in self-etch adhesives. *J Dent Res.* 2010;89:1045-50.
36. Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2009;11:175-90.
37. Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007;28:3757-85.
38. Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res.* 2008;87:757-61.
39. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent.* 2003;28:215-35.
40. Van Meerbeek B, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van Ende A, Neves A, De Munck J. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater.* 2010;26:e100-21.
41. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res.* 2004;83:454-8.

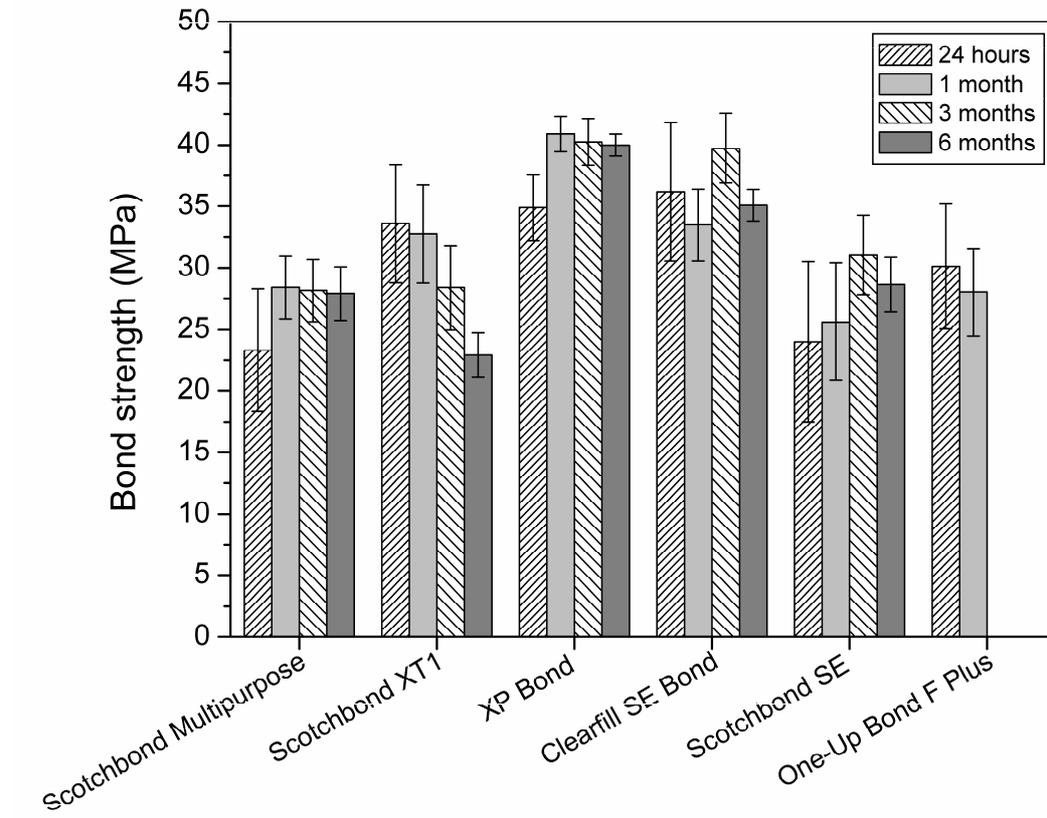


Figure 1

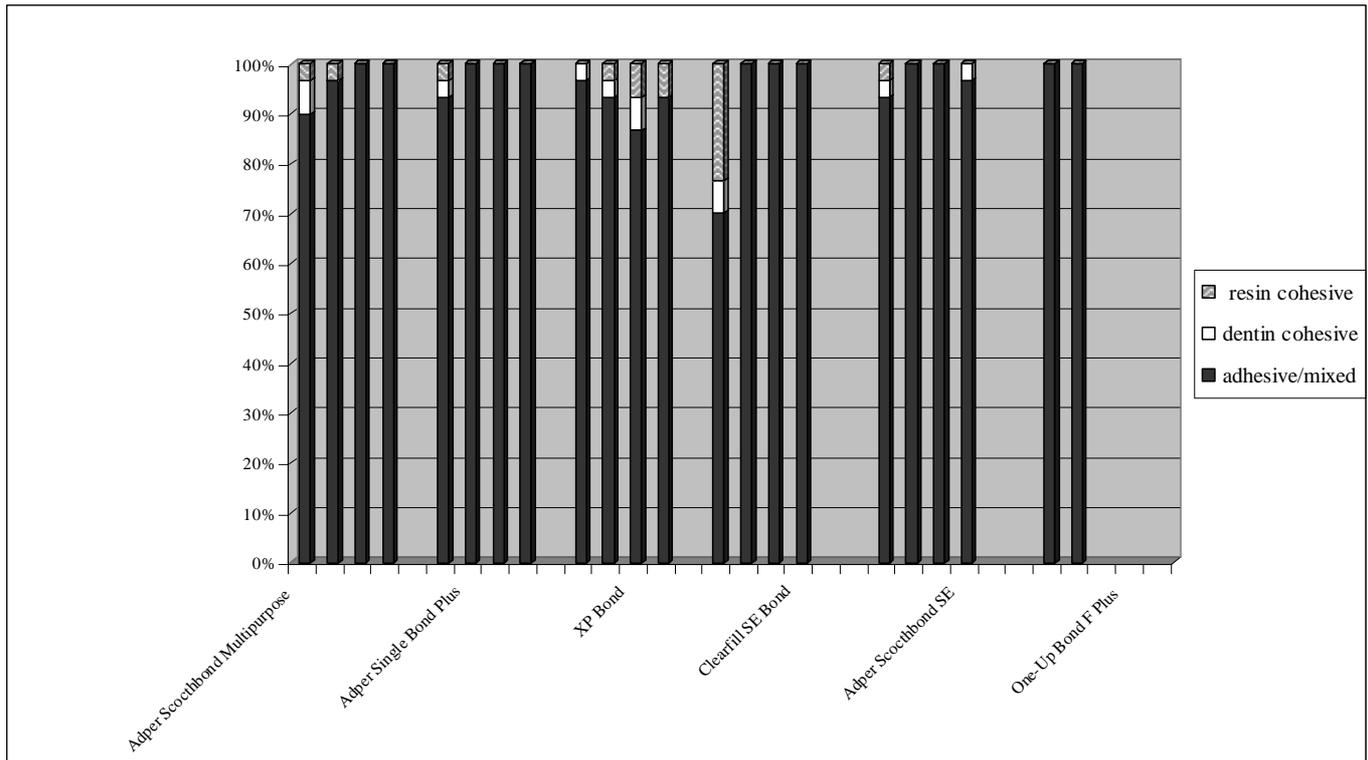


Figure 2

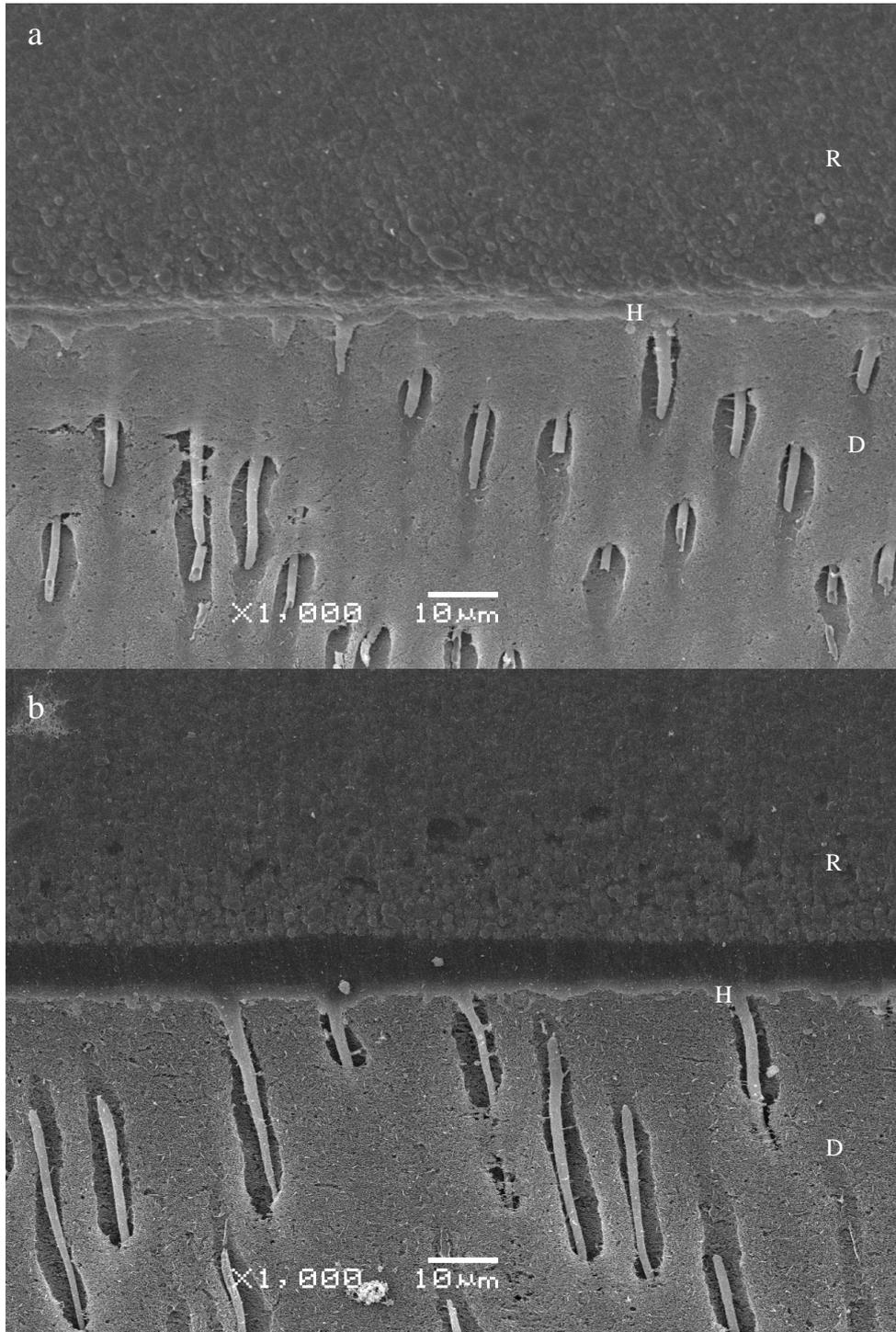


Figure 3

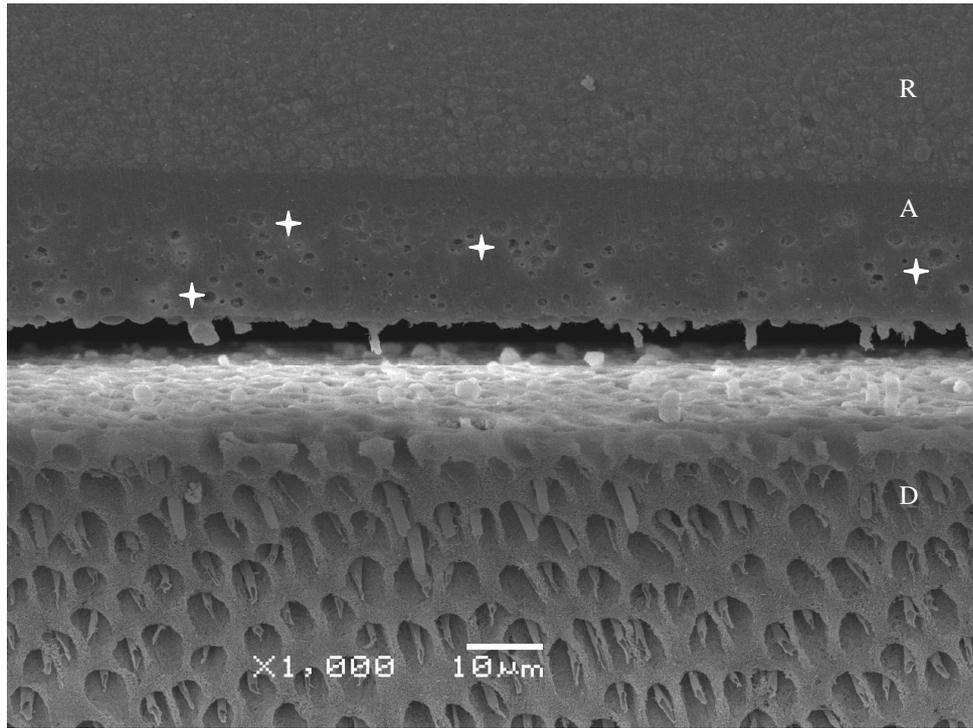


Figure 4

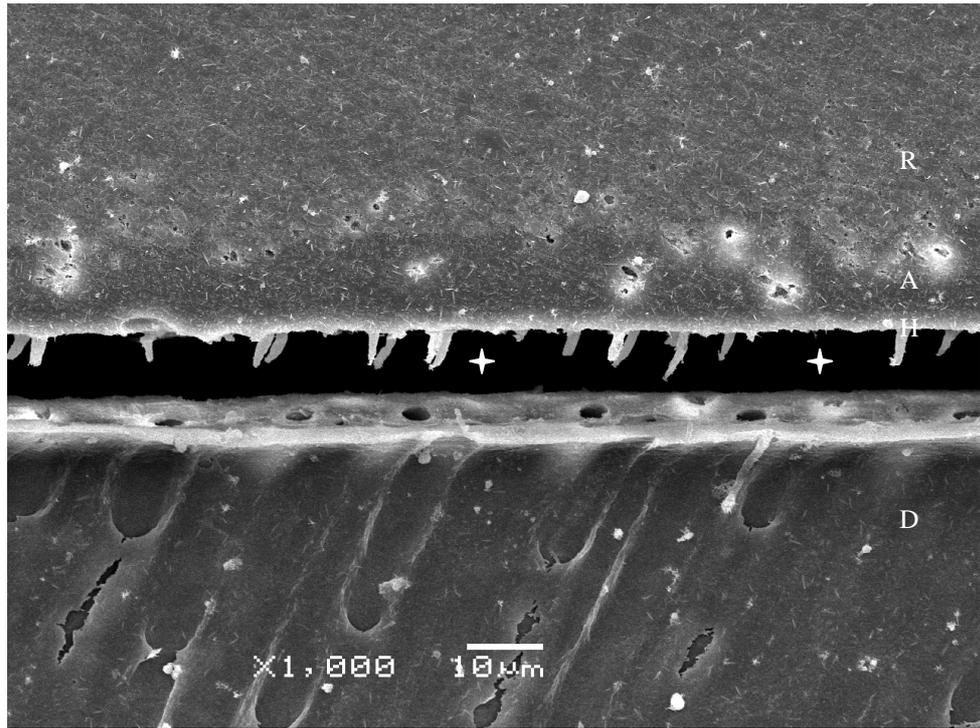


Figure 5

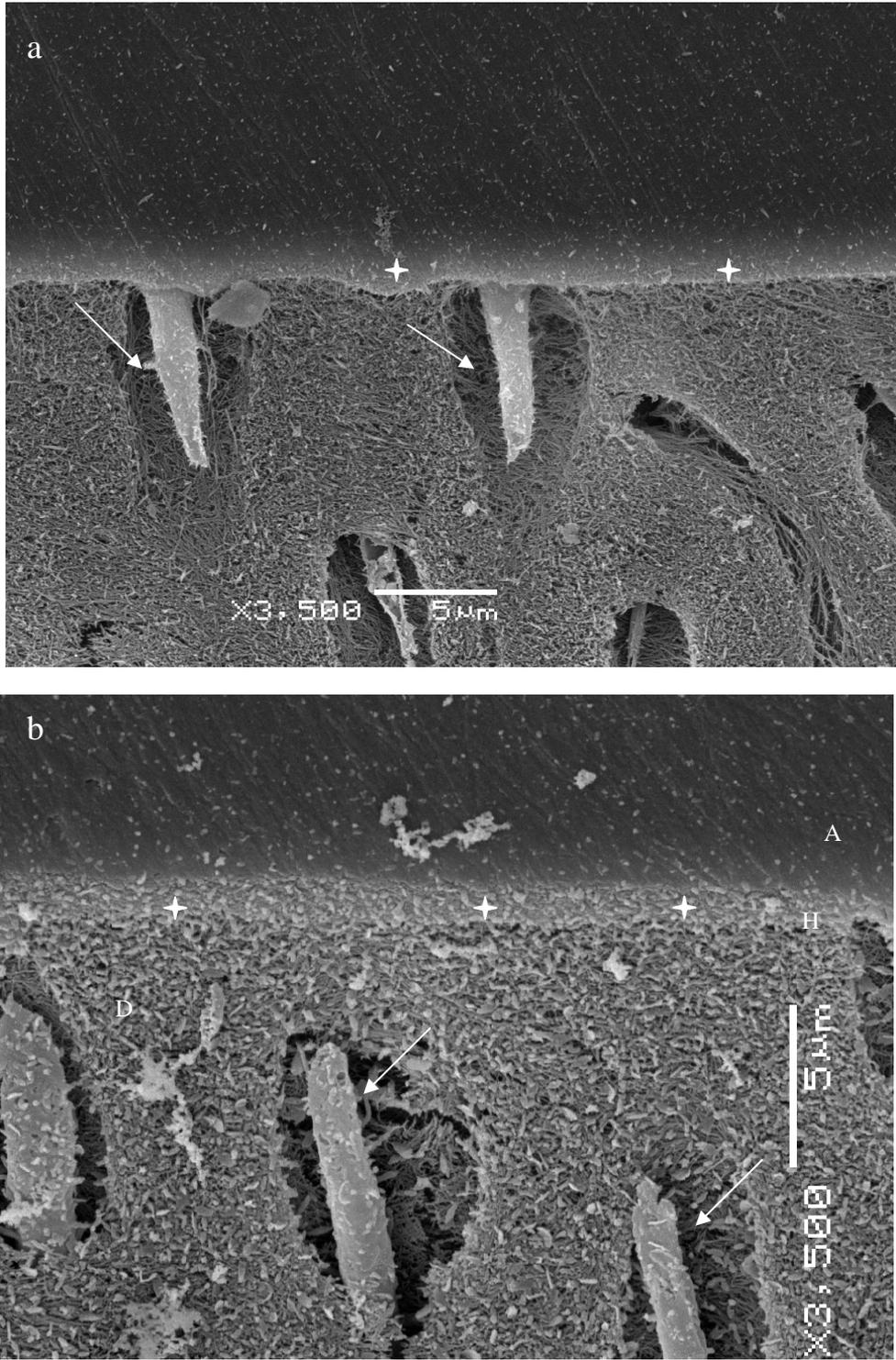


Figure 6

Legends

Figure 1: Mean bond strength (MPa) and standard deviation of adhesive systems tested after storage in water.

Figure 2: Fracture patterns of the specimens tested

Figure 3: Photomicrograph of adhesive interface in dentine with the XP Bond adhesive system after water storage for (a) 24 hours and (b) 1 month. R – composite resin, H – hybrid layer, D – dentin

Figure 4: Photomicrograph of the adhesive interface in dentine with the Scotchbond 1 XT adhesive system after water storage for 6 months. Note the presence of defects in the adhesive layer (stars). R – composite resin, H – hybrid layer, D - dentin

Figure 5: Photomicrograph of the adhesive interface in dentine with the One-Up Bond F adhesive system after water storage for 24 hours. Observe the fragility of the dentin-resin interface that seems to have ruptured during the preparation for SEM (a, star). R – composite resin, H – hybrid layer, D - dentin

Figure 6: Photomicrograph of the adhesive interface in dentine with the Scotchbond SE adhesive system after water storage for (a) 1 month and (c) 6 months. Observe the integrity of the hybrid layer (stars) and resin tags (arrows). R – composite resin, H – hybrid layer, D - dentin

Table 1: Composition and batch number of adhesive systems used in the study

Adhesive System (<i>manufacturer</i>)	Composition	Batch number
Adper Scotchbond Multipurpose - SBMP (3M ESPE)	Primer : HEMA, copolymer of acrylic and itaconic acids Bonding: Bis-GMA, HEMA, amines	8 BT 8 RF
Adper Scotchbond 1 XT - SB (3M ESPE)	Bis-GMA, HEMA, dimethacrylates, methacrylate functional copolymer of polyacrylic and polyitaconic acids, ethanol, water, silica nanofillers, photo-initiators	8 RW
XP Bond - XP (Dentsply)	Tertiary butanol, HEMA, PENTA, TCB, UDMA, TEGDMA; butylated benzenediol, ethyl-4-dimethylaminobenzoate, camphoroquinone, nanofillers	0804002270
Clearfil SE Bond - CSE (Kuraray Medical Inc.)	Primer: MDP, HEMA, hydrophilic dimethacrylate, photo-initiator, water Bonding: MDP, HEMA, Bis-GMA, hydrophobic dimethacrylate, photo-initiators, silanated colloidal silica	00788A 01144A
Adper Scotchbond SE - ASE (3M ESPE)	Liquid A: water, HEMA, rose bengal dye Liquid B: surface treated zirconia, di-HEMA phosphate, TEGDMA, TMPTMA, diurethane dimethacrylate, 6-methacryloxyhexacryloxyphosphate, ethyl 4-dimethylaminobenzoate, camphorquinone	7AH 7AK
One-Up Bond F Plus - OU (Tokuyama Corp)	Adhesive A: MAC-10, MMA, HEMA, water, coumarin dye, methacryloyloxyalkyl acid phosphate Adhesive B: multifunctional methacrylic monomer, fluoroaluminosilicate glass, photo-initiator (arylborate catalyst)	054 547

¹Abbreviations: HEMA: 2-hydroxyethylmethacrylate; PENTA: dipentaerythriol penta acrylate monophosphate; TCB: carboxylic acid modified dimethacrylate; MAC-10: 11-methacryloyloxy-1,1-undecanedicarboxylic acid; MMA: methyl methacrylate; TEGDMA: triethylene glycol dimethacrylate; 10-MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; UDMA: urethane dimethacrylate; bis-GMA: bis-phenol A diglycidyl methacrylate; TMPTMA: trimethylolpropane trimethylmethacrylate.

Table 2: Mean microtensile bond strength (MPa) and standard deviation (S.D.) obtained for each tested group

Adhesive system	24 hours (MPa±S.D.)	1 month (MPa± S.D.)	3 months (MPa± S.D.)	6 months (MPa± S.D.)
Scotchbond Multi-Purpose	23.31±4.98 ^{a,A}	28.42±2.54 ^{a,A}	28.17±2.52 ^{a,A}	27.92±2.17 ^{a,b,A}
Single Bond Plus	33.60±4.81 ^{a,b,A,B}	32.74±4.00 ^{a,b,A}	28.40±3.43 ^{a,A,B}	22.91±1.83 ^{a,B}
XP Bond	34.89±2.67 ^{b,A}	40.89±1.42 ^{b,A}	40.25±1.87 ^{b,A}	40.00±0.88 ^{d,A}
Clearfill SE Bond	36.19±5.62 ^{a,b,A}	33.48±2.91 ^{a,A}	39.74±2.82 ^{b,A}	35.08±1.30 ^{c,A}
Scotchbond SE	24.01±6.52 ^{a,b,A}	25.63±4.79 ^{a,A}	31.04±3.22 ^{a,A}	28.65±2.23 ^{b,A}
One-Up Bond F Plus	30.13±5.06 ^{a,b,A}	28.04±3.57 ^{a,A}	-	-

Mean values with the same superscript letters are not statistically different according to Games-Howell multiple comparisons ($p > 0.05$). Different Small Superscript Letters Indicate Significant Differences in the Column and Capital Superscript Letters in the Row
 n = 6 (total number of teeth used in each group)

ANEXO 1 – NORMAS DA REVISTA

The Journal of Adhesive Dentistry

GUIDELINES FOR AUTHORS

The Journal of Adhesive Dentistry is a bi-monthly journal that publishes scientifically sound articles of interest to practitioners and researchers in the field of adhesion to hard and soft dental tissues. The Journal publishes several types of peer-reviewed original articles:

1. **Clinical and basic science research reports** – based on original research in adhesive dentistry and related topics. □2. **Reviews topics** – on topics related to adhesive dentistry

3. **Short communications** – of original research in adhesive dentistry and related topics. Max. 2 printed pages, including figures and references. High priority will be given to the review of these papers to speed publication.

4a. **Invited focus articles** – presenting a position or hypothesis on a basic science or clinical subject of relevant related topics. These articles are not intended for the presentation of original results, and the authors of the articles are selected by the Editorial Board.

4b. **Invited commentaries** – critiquing a focus article by addressing the strong and weak points of the focus article. These are selected by the Editorial Board in consultation with the focus article author, and the focus article and the commentaries on it are published in sequence in the same issue of the Journal.

5. **Invited guest editorials** – may periodically be solicited by the Editorial Board. □6. **Proceedings of symposia, workshops, or conferences** – covering topics of relevance to adhesive dentistry and related topics.

7. **Letters to the Editor** – may be submitted to the editor-in-chief; these should normally be no more than 500 words in length.

SUBMISSION INSTRUCTIONS

Submission of manuscripts in order of preference:

1. Submission via online submission service (www.manuscriptmanager.com/jadd). Manuscript texts should be uploaded as PC-word files with tables and figures preferably embedded within the PC-word document. A broad range of file formats are acceptable. No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office (see below). Online submissions are automatically uploaded into the editorial office's reviewer assignment schedule and are therefore processed immediately upon upload. □2. Submission via e-mail as a PC-word document (richter@quintessenz.de). Illustrations can be attached in any format that can be opened using Adobe Photoshop, (TIF, GIF, JPG, PSD, EPS etc.) or as Microsoft PowerPoint Documents (ppt). No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office. □3. One paper copy of the manuscript plus a floppy diskette or CD-ROM (mandatory) containing a PC-word file of the manuscript text, tables and legends. Figures should be included on the disk if possible in any format that can be opened using Adobe Photoshop, (Tif, Gif, Jpg, PSD, EPS etc.) or as a Microsoft PowerPoint Document (ppt)

Mailing address: □ **Quintessenz Verlags-GmbH, Juliane Richter The Journal of Adhesive Dentistry, Komturstr. 18, D-12099 Berlin, Germany**

Illustrations that cannot be sent electronically will be scanned at the editorial office so that they can be sent to reviewers via e-mail along with the

manuscript to expedite the evaluation process. Resubmitted manuscripts should also be submitted in the above manner. Please note that supplying electronic versions of your tables and illustrations upon resubmission will assure a faster publication time if the manuscript is accepted. □ **Review/editing of manuscripts.** Manuscripts will be reviewed by the editor-in-chief, and at least two reviewers with expertise within the scope of the article. The publisher reserves the right to edit accepted manuscripts to fit the space available and to ensure conciseness, clarity, and stylistic consistency, subject to the author's final approval. **Adherence to guidelines.** Manuscripts that are not prepared in accordance with these guidelines will be returned to the author before review.

MANUSCRIPT PREPARATION

- The Journal will follow as much as possible the recommendations of the International Committee of Medical Journal

Editors (Vancouver Group) in regard to preparation of manuscripts and authorship (Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals. *Ann Intern Med* 1997;126: 36-47). • **Title page.** The first page should include the title

of the article (descriptive but as concise as possible) and the name, degrees, title, professional affiliation, and full address of all authors. Phone, fax, and e-mail address must also be provided for the corresponding author, who will be assumed to be the first-listed author unless otherwise noted. If the paper was presented before an organized group, the name of the organization, location, and date should be included. • **3-8 keywords.** • **Structured abstract.** Include a maximum 250-word structured abstract (with headings *Purpose, Materials and Methods, Results, Conclusion*). • **Introduction.** Summarize the rationale and purpose of the study, giving only pertinent references. Clearly state the working hypothesis. • **Materials and Methods.** Present materials and methods in sufficient detail to allow confirmation of the observations. Published methods should be referenced and discussed only briefly, unless modifications have been made. Indicate the statistical methods used, if applicable. • **Results.** Present results in a logical sequence in the text, tables, and illustrations. Do not repeat in the text all the data in the tables or illustrations; emphasize only important observations. • **Discussion.** Emphasize the new and important aspects of the study and the conclusions that follow from them. Do not repeat in detail data or other material given in the Introduction or Results section. Relate observations to other relevant studies and point out the implications of the findings and their limitations. • **Acknowledgments.** Acknowledge persons who have made substantive contributions to the study. Specify grant or other financial support, citing the name of the supporting organization and grant number. • **Abbreviations.** The full term for which an abbreviation stands should precede its first use in the text unless it is a standard unit of measurement. • **Trade names.** Generic terms are to be used whenever possible, but trade names and manufacturer should be included parenthetically at first mention. • **Clinical Relevance.** Please include a very brief (2 sentences or 3 lines) clinical relevance statement.

REFERENCES • **All references must be cited** in the text, according to the alphabetical and numerical reference list. • **The reference list** should appear at the end of the article, in alphabetical and numerical sequence. • **Do not include unpublished data** or personal communications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date. • **Avoid using abstracts** as references. • **Provide complete information** for each reference, including names of all authors. If the reference is part of

a book, also include title of the chapter and names of the book's editor(s).

Journal reference style:

1. Turp JC, Kowalski CJ, Stohler CS. Treatment-seeking patterns of facial pain patients: Many possibilities, limited satisfaction. *J Orofacial Pain* 1998;12:61-66

Book reference style:

1. Hannam AG, Langenbach GEJ, Peck CC. Computer simulations of jaw biomechanics. In: McNeill C (ed). *Science and Practice of Occlusion*. Chicago: Quintessence, 1997:187-194.

ILLUSTRATIONS

• All illustrations must be numbered and cited in the text in order of appearance. Paper version • The figure number and first author's last name should be indicated on the back of each photograph or on the mount of each slide. Also indicate the top edge lightly in pencil.

• *Do not mark author's name on duplicates!* • Do not bend, fold, or use paper clips. Do not mount slides in glass. • For protection against damage or loss, authors should retain duplicate slides and illustrations. • All illustrations are returned after publication. • Original artwork must be provided with original submission.

Black & white-Submit three sets of high-quality glossy prints. Should the quality prove inadequate, negatives will be requested as well. Photographs should be unmounted and untrimmed.

Radiographs-Submit the original radiograph as well as two sets of prints. **Color-Original** slides (35 mm transparencies) must be submitted, plus two sets of prints made from them. When instruments and appliances are photographed, a neutral background is best; structured fabrics are unsuitable.

Line drawings-Figures, charts, and graphs should be professionally drawn and lettered large enough to be read after reduction. Good-quality computer-generated laser prints are acceptable (no photocopies); also provide electronic file if possible. Lines within graphs should be of a single weight unless special emphasis is needed. **Legends-Figure** legends should be grouped on a separate sheet and typed double-spaced.

TABLES

• Each table should be logically organized, on a separate sheet, and numbered consecutively. • The title and footnotes

should be typed on the same sheet as the table.

MANDATORY SUBMISSION FORM

The Mandatory Submission Form, signed by all authors, must accompany all submitted manuscripts before they can be reviewed for publication. Electronic submission: scan the signed form and submit as JPG or TIF file.

PERMISSIONS & WAIVERS

• Permission of author and publisher must be obtained for the direct use of material (text, photos, drawings) under copyright that does not belong to the author. □ • Waivers must be obtained for photographs showing persons. When such waivers are not supplied, faces will be masked to prevent identification. For clinical studies the approval of the ethics committee must be presented.

PAGE CHARGE

The first 8 printed pages in an article are free of charge. For excess pages, the charge is €140 per printed page. The approximate number of characters on a printed page is approximately 6,800. Please also consider the number and size of illustrations.

The Journal of Adhesive Dentistry

MANDATORY SUBMISSION FORM

Title _____ **of**
article: _____

A signature below certifies compliance with the following statements:

Copyright transfer. In consideration of the acceptance of the above work for publication, I do hereby assign and transfer to Quintessence Publishing Company all rights, title, interest in and copyright to the above-titled work. This assignment applies to all translations of said article as well as to preliminary display/posting of the abstract of the accepted article in electronic form before publication. If any changes in authorship (order, deletions, or additions) occur after the manuscript is submitted, agreement by all authors for such changes must be on file with the Publisher. An author's name may be removed only at his/her request. (Note: material prepared by employees of the US Government in the course of their official duties cannot be copyrighted.)

Author responsibilities. I attest that: The manuscript is original work without fabrication, plagiarism, or fraud; The manuscript is not currently under consideration elsewhere and the research reported will not be submitted for publication elsewhere unless a final decision is made by the Journal that the manuscript is not acceptable; I have made a significant scientific contribution to the study and I am thoroughly familiar with the primary data outlined in the manuscript; I have read the complete manuscript and take responsibility for the content and completeness of the final submitted manuscript and understand that if the manuscript, or part of the manuscript, is found to be faulty or fraudulent, I share responsibility.

Conflict of interest disclosure. All institutional or corporate affiliations of mine and all funding sources supporting the work are acknowledged. Except as disclosed in the separate enclosed letter, I certify that I have no commercial associations (eg, consultancies, patent-licensing arrangements, equity interests) that might represent a conflict of interest in

connection with the submitted manuscript (letter attached).

Experimental procedures in humans and animals. The Journal endorses the principles embodied in the Declaration of Helsinki and insists that all investigations involving human beings reported in articles in the Journal be carried out in conformity with these principles and with similar principles such as those of the American Physiological Society, eg, see *J Neurophysiol* 1997;78(6). In the case of animal experiments reported in the Journal, these should also conform to these latter principles or with analogous principles such as those of the Canadian Council on Animal Care or The International Association for the Study of Pain. In articles reporting experiments involving surgical procedures on animals, the type and dosage of anesthetic agent used must be specified in the Materials and Methods section, and evidence must be provided that anesthesia of suitable grade and duration was achieved. Authors reporting on their experimental work in humans or animals should also cite evidence in the Materials and Methods section of the article that this work has been approved by, respectively, an institutional clinical/human experimentation panel or an institutional animal care and use panel (or equivalent). The editor-in-chief and associate editors are expected to refuse articles in which there is no clear evidence that these principles have been adhered to, and they reserve the right to judge the appropriateness of the use of human beings and animals in experiments reported in articles submitted to the Journal.

Signature of each author required in the same order as on the manuscript title page (Fax signatures, multiple forms are acceptable). For more than 5 authors, use an extra sheet.

Signature (1) _____ Print
 name _____ Date _____
 Signature (2) _____ Print
 name _____ Date _____
 Signature (3) _____ Print
 name _____ Date _____
 Signature (4) _____ Print
 name _____ Date _____
 Signature (5) _____ Print
 name _____ Date _____

Corresponding author _____ **Mailing address**

Phone _____

Fax _____

E-mail _____

ANEXO 2 – PARECER DO COMITÊ DE ÉTICA EM PESQUISA



PONTIFÍCIA UNIVERSIDADE CATÓLICA DO PARANÁ
Núcleo de Bioética
Comitê de Ética em Pesquisa
Ciência com Consciência

PARECER CONSUBSTANCIADO DE PROTOCOLO DE PESQUISA

Parecer Nº **0003960/10**

Título do projeto **EFEITO DO ARMAZENAMENTO EM ÁGUA NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO DE ADESIVOS DENTINÁRIOS**

Protocolo CONEP **0122.0.084.000-10**

Instituição **PUCPR-CCBS - Curitiba**

Pesquisador responsável **ANDREA FREIRE**

Protocolo CEP Nº **5595**

Grupo

Versão **1**

Objetivos

OBJETIVO(S) GERAL(IS)

O objetivo deste estudo in vitro será determinar a resistência a microtração de diferentes sistemas adesivos após 24 h, 30, 90 e 180 dias de armazenamento em água

OBJETIVO(S) ESPECÍFICO(S)

- Determinar a resistência a microtração dos diferentes sistemas adesivos 24 horas após o procedimento adesivo.
- Determinar a resistência a microtração dos diferentes sistemas adesivos 30 dias após o procedimento adesivo.
- Determinar a resistência a microtração dos diferentes sistemas adesivos 90 dias após o procedimento adesivo.
- Determinar a resistência a microtração dos diferentes sistemas adesivos 180 dias após o procedimento adesivo.
- Avaliar o efeito da água de acordo com o tempo de armazenamento.

Comentários e considerações

Pesquisa que envolve dados quantitativos, com relação a resistência a microtração e também análise qualitativa do tipo de fratura e formação de camada híbrida a ser realizada "in vitro" com dentes provenientes do Banco de Dentes da PUCPR, cujo documento se encontra anexo.

Termo de consentimento livre e esclarecido e/ou Termo de compromisso para uso de dados.

Não se aplica

Conclusões

O projeto está adequado com relação aos aspectos éticos.

Devido ao exposto, o Comitê de Ética em Pesquisa da PUCPR, de acordo com as exigências das Resoluções Nacionais 196/96 e demais relacionadas a pesquisas envolvendo seres humanos, em reunião realizada no dia: **02/06/2010**, manifesta-se por considerar o projeto **Aprovado**.

Situação Aprovado

Lembramos aos senhores pesquisadores que, no cumprimento da Resolução 196/96, 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 CEP-PUCPR 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.

Curitiba, 02 de Junho de 2010.-

Prof. MSc. Najm Akel Filho
 Coordenador do Comitê de Ética em Pesquisa
 PUC PR



APÊNDICE 1 – RESUMOS DA LITERATURA UTILIZADA NA DISCUSSÃO

Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Hiraishi N, Yiu CK. Water treeing in simplified dentin adhesives--d'jà vu? Oper Dent. 2005;30:561-79.

Em um estudo de revisão os autores ressaltam que os sistemas adesivos simplificados podem ter a sua durabilidade comprometida no ambiente oral. Afirmam ainda que estes são semelhantes aos cimentos de ionômero de vidro modificados por resina em relação a afinidade pela água, o que os torna muito permeáveis. Esta afirmação foi baseada em diversas fotomicrografias de microscopia eletrônica de transmissão (MET) onde foi possível visualizar padrões de nanoinfiltração, “water-trees”. Duas teorias foram propostas na morfogênese de “water-trees” dentro da interface adesiva – a teoria de água remanescente e a teoria do fluxo contínuo. Alguns fatores adversos foram atribuídos à nanoinfiltração, dentre eles a evaporação, osmose e fluxo de água proveniente do tecido dentinário, sendo que a capacidade da água em permear o sistema adesivo polimerizado está diretamente relacionada com a sua característica hidrófila.

Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, De Stefano Dorigo E. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. Dent Mater. 2008;24:90-101.

A maioria dos sistemas adesivos atuais mostra resultados imediatos favoráveis em termos de retenção e vedamento da interface, compensando assim a contração de polimerização da resina composta. Entretanto, este estudo objetivou discutir criticamente não só a formação como também o envelhecimento e estabilidade de união, com foco principal nos micro e nano fenômenos relacionados à degradação da interface. Por meio de revisão de literatura, foi possível perceber que a maioria dos adesivos simplificados mostra menor durabilidade,

enquanto os convencionais de 3 passos e os autocondicionantes de 2 passos mostram melhor desempenho. Ou seja, a simplificação de procedimentos clínicos normalmente é realizada em detrimento da eficácia adesiva. Entre os diferentes fenômenos relacionados à degradação da interface de união à dentina alguns são essenciais como a insuficiente impregnação da dentina desmineralizada, alta permeabilidade da interface adesiva, sub-polimerização, separação de fases e ativação de enzimas colagenolítica. Para amenizar estes problemas de estabilidade, vários procedimentos clínicos foram propostos, dentre eles o uso de uma camada de resina hidrófoba, extensão de tempo de fotoativação para reduzir a permeabilidade e permitir melhor polimerização dos adesivos e ainda a utilização de inibidores enzimáticos.

Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, Coutinho E, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. Biomaterials. 2007;28:3757-85.

O objetivo do artigo foi fazer uma revisão sistemática dos componentes mais utilizados nos sistemas adesivos contemporâneos, com especificação do uso e das propriedades de cada um.

Lattaa MA. Shear bond strength and physicochemical interactions of XP Bond. J Adhes Dent. 2007;9 Suppl 2:245-8.

A proposta do estudo foi avaliar a resistência ao cisalhamento, em dentina e esmalte humanos, de um novo sistema adesivo convencional de 2 passos, XP Bond. E também determinar a possível interação química deste sistema adesivo com a dentina. Para avaliação da resistência ao cisalhamento 4 sistemas adesivos foram utilizados em esmalte (n= 12) e dentina (n=12), sendo 3 convencionais de 2 passos – XP Bond, Optibond Solo Plus e Single

Bond 2 e 1 convencional de 3 passos – Syntac Classic. Após o procedimento adesivo os espécimes foram sujeitos a termociclagem com banhos de 5°C e 55°C por 6.000 ciclos. Para mensurar a resistência ao cisalhamento uma máquina Instron foi utilizada e os valores obtidos em MPa. Já para verificar a possível união química o método de escolha foi a espectroscopia micro Raman e somente o adesivo XP foi utilizado em dentina. Os resultados demonstraram valores similares entre o XP Bond, Single Bond 2 e Optibond Solo Plus em dentina e esmalte. Já o sistema adesivo Syntac Classic gerou menores valores de resistência em ambos os substratos. A espectroscopia micro Raman mostrou uma completa infiltração de resina dentro da zona de dentina desmineralizada e também sugeriu uma forte interação química entre o XP Bond e componentes da dentina. O autor relatou que os valores obtidos sugerem um excelente desempenho clínico e que a descoberta da interação química entre o adesivo e estrutura dentária pode ajudar a explicar a alta resistência de união e também prever uma estabilidade desta.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. Eur J Oral Sci. 2001;109:282-5.

O estudo investigou a influência da composição de resinas experimentais na densidade de ligação cruzada. As hipóteses a serem testadas foram que a adição de um monômero monofuncional (BMA – benzil metacrilato) poderia reduzir a densidade de ligações cruzadas e por outro lado, composições que geram muitos centros de crescimento aumentariam esta densidade. Resinas experimentais sem carga foram formuladas com conteúdo variado de monômeros bifuncionais - Bis-GMA E TEGDMA, monômero monofuncional – BMA, canforoquinona e amina. Após a polimerização, a quantidade de duplas ligações remanescentes e dureza Wallace foram determinadas, esta também foi obtida após

armazenamento em etanol, para mensurar a densidade de ligações cruzadas. O conteúdo de monômero monofuncional exerceu papel importante no grau de conversão e densidade polimérica. O aumento da quantidade de BMA resultou em maior grau de conversão, mas em redução da densidade de ligações cruzadas. A quantidade de duplas ligações remanescentes reduziu com o aumento do conteúdo de canforoquinona e CEMA (N,N-cianoetil metilanilina). Desta forma, pôde-se concluir que a composição influenciou a estrutura polimérica e ainda foi possível correlacionar que o alto grau de conversão junto com alta densidade de ligação cruzada deve ser vantajoso não somente do ponto de visto de propriedade mecânicas como também menor suscetibilidade à degradação no ambiente oral.

Blunck U, Knitter K, Jahn KR. Six-month clinical evaluation of XP BOND in noncarious cervical lesions. J Adhes Dent. 2007;9 Suppl 2:265-8.

A proposta da pesquisa foi avaliar a efetividade do XP Bond comparado ao Single Bond 2 quando utilizados para restaurar lesões cervicais não cariosas (LCNC). Foram selecionados 40 pacientes e 80 LCNC foram restauradas com os sistemas adesivos anteriormente citados e a resina composta Ceram X duo, todas realizadas por apenas 1 operador. Após o procedimento restaurador foi realizado o acabamento e polimento com o sistema PoGo. Trinta e oito pacientes retornaram para avaliação no período de 3 e 6 meses, dois avaliadores seguiram os critérios USPHS modificado para analisar especificamente retenção, sensibilidade pós-operatória, descoloração e integridade marginal, cárie secundária e contorno. A vitalidade pulpar também foi conferida assim como o mimetismo da cor com a estrutura dental remanescente. Após 6 meses de avaliação foi encontrado diferenças significantes para os critérios entre o adesivo XP Bond e o controle. Todos os dentes restaurados ainda mantinham contato com seus antagonistas, mas 60% mostraram facetas de

desgaste ativas. Todas as restaurações realizadas com XP Bond estavam retidas e sem descoloração marginal, enquanto no grupo controle uma restauração foi perdida e duas (5,4%) mostraram descoloração marginal em menos de 50% do comprimento da margem. Com o XP Bond uma restauração apresentou sensibilidade pós-operatória, enquanto com Single Bond 2 duas restaurações demonstraram tal sensibilidade. Desta forma, os resultados do estudo sugerem que o XP Bond pode produzir uma efetiva adesão dentro dos critérios de sucesso da ADA, uma vez que apresentou menos de 5% de falha durante 6 meses de avaliação.

Manhart J, Trumm C. Microleakage of XP Bond in Class II cavities after artificial aging. J Adhes Dent. 2007;9 Suppl 2:261-4.

O estudo teve como objetivo avaliar a microinfiltração de um novo sistema adesivo convencional, o XP Bond. Para isto 40 molares humanos foram selecionados e duas cavidades Classe II foram realizadas em cada dente, sendo uma com envolvimento só de esmalte e outra com extensão para dentina e término em cimento. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos (n=8) e restaurados de forma incremental com diferentes combinações de sistema adesivo/resina composta: G1= XP Bond + Ceram X Mono; G2= Syntac Classic + Tetric EvoCeram, G3= Single Bond 2 + Z250; G4= P&B NT + Ceram X Mono; G5= Optibond Solo Plus + Ceram X Mono. Após acabamento e polimento, os dentes foram armazenados em água a 37°C por 48 horas antes de serem submetidos ao envelhecimento artificial por estresse térmico (5/55°C, 2.000 X, 30 s) e mecânico (50 N, 50.000 X). Os dentes foram isolados com verniz e imersos em azul de metileno 5% por 1 hora. Logo após, foram seccionados e os espécimes avaliados por 2 examinadores, de acordo com o padrão de infiltração em uma escala ordinal de 0 a 4 sob estereomicroscópio com

magnificação de 40 X. Houve diferenças entre os grupos avaliados tanto em esmalte quanto em dentina, as médias em esmalte foram: G2 (64,44) < G1 (66,69) < G4 (74,88) < G3 (98,25) e G5 (98,25); e dentina: G3 (65,53) < G1 (74,42) < G4 (81,09) < G2 (81,84) < G5 (99,61). Assim, pôde-se concluir que o sistema adesivo convencional de 2 passos, XP Bond demonstrou excelentes resultados de microinfiltração em esmalte e dentina, com a mesma qualidade de um sistema convencional de 3 passos.

D'Arcangelo C, Vanini L, Prosperi GD, Di Bussolo G, De Angelis F, D'Amario M, Caputi S. The influence of adhesive thickness on the microtensile bond strength of three adhesive systems. J Adhes Dent. 2009 Apr;11:109-15.

A proposta da pesquisa *in vitro* foi avaliar o efeito de múltiplas camadas de sistemas adesivos convencionais na resistência de união à dentina (μTBS) e na espessura da camada adesiva e provável correlação entre estas. Trinta e seis molares humanos foram divididos em 3 grupos de acordo com o sistema adesivo utilizado – PQ 1 (PQ), EnaBond (EB) e XP Bond (XP). Os espécimes foram divididos dentro de 3 sub-grupos (n= 4) de acordo com o número de camadas de adesivo, 1, 2 ou 3, sendo cada camada fotoativada independentemente por 20s. Posteriormente a resina composta de cada fabricante foi adicionada de forma incremental, grupo PQ – resina Vit-l-escence, grupo EB – Enamel Plus HFO, grupo XP: Esthet X. Após armazenamento em água a 37°C por 24 horas os espécimes foram seccionados para obtenção de palitos com uma área aproximada de 1 mm² e estes submetidos ao teste de microtração e análise por MEV. A média de μTBS (MPa) do grupo EB aumentou gradualmente com o maior número de camadas de adesivo aplicadas, 27,02 (9,38) a, 35,88 (9,68)b, 44,32 (4,93)c para 1, 2 e 3 aplicações, respectivamente. A maior média para PQ – 46,66 (12,95) e XP – 40,55 (5,69) foram obtidas com 2 camadas de adesivo. A média de espessura da camada

adesiva aumento significativamente com o número de camadas. Desta forma, os resultados confirmam que múltiplas camadas de adesivo podem melhorar a qualidade de união com a dentina. Entretanto, um excesso na espessura da camada adesivo pode influenciar negativamente a resistência e qualidade da adesão.

Manhart J, Trumm C. Marginal adaptation of an etch-and-rinse adhesive with a new type of solvent in class II cavities after artificial aging. Clin Oral Investig. 2009 Nov 24. [In press].

O estudo teve como objetivo avaliar a adaptação marginal de sistemas adesivos convencionais. A hipótese nula testada foi que o tipo do sistema restaurador não influenciaria o selamento marginal em esmalte ou dentina. Foram selecionados 40 molares humanos foram e duas cavidades Classe II foram realizadas em cada dente, sendo uma com envolvimento só de esmalte e outra com extensão para dentina e término em cimento. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos (n=8) e restaurados de forma incremental. Duas comparações foram feitas: (1) comparação de diferentes adesivos com diferentes solventes restaurados com a mesma resina composta (Ceram X Mono) – G1= XP Bond, G2= P&B NT e G3= Optibond Solo Plus e (2) comparação de diferentes sistemas restauradores (adesivo + resina composta do mesmo fabricante) - G1= XP Bond + Ceram X Mono, R1= Syntac Classic + Tetric EvoCeram, R2= Single Bond 2 + Z250. Após acabamento e polimento, os dentes foram armazenados em água a 37°C por 48 horas antes de serem submetidos ao envelhecimento artificial por estresse térmico (5/55°C, 2.000 X, 30 s) e mecânico (50 N, 50.000 X). A adaptação marginal foi avaliada em microscópio eletrônico de varredura (MEV) com aumento de 200 X utilizando a técnica da réplica. A adaptação marginal em esmaltes exibiu altas porcentagens de margens perfeitas após envelhecimento, em torno de 95,9% a

99,6%, a comparação de diferentes sistemas adesivos demonstrou mais margens perfeitas para o XP Bond e P&B NT que para o Optibond Solo Plus, quanto ao desempenho dos sistemas restauradores não houve diferença entre G1, R1 e R2. A adaptação em dentina exibiu menores porcentagens de margens perfeitas após envelhecimento, entre de 85,9% e 96,0% e maior tendência a formação de *gaps*, encontrou-se margens abertas em uma porcentagem de 2,6% a 11,8%. A comparação de diferentes sistemas adesivos em dentina foi semelhante ao esmalte, entretanto quanto ao sistema restaurador G1 e R1 demonstraram melhores resultados que R2. Concluiu-se que o sistema adesivo convencional de 2 passos, XP Bond mostrou uma excelente adaptação marginal tanto em esmalte quanto em dentina.

Margvelashvili M, Goracci C, Beloica M, Papacchini F, Ferrari M. In vitro evaluation of bonding effectiveness to dentin of all-in-one adhesives. J Dent. 2010;38:106-12.

O objetivo do estudo foi avaliar o potencial de adesão de sistemas autocondicionantes de passo único à dentina. O método de escolha foi a microtração e análise por microscopia eletrônica de varredura (MEV). Vinte terceiros molares humanos tiveram sua dentina coronária exposta e desgastada para obtenção de uma *smear layer* padronizada. Os dentes foram aleatoriamente divididos em 5 grupos (n=5) baseado na combinação adesivo/resina composta a ser testada: G1 – Bond Force/Esteliete, G2 – AdheSE One/Tetric EvoCeram, G3: Xeno V/Esthe-X, G4: XP Bond/Esthet-X, este último sistema convencional foi considerado controle. O procedimento adesivo foi de acordo com as recomendações do fabricante. Os espécimes foram armazenados por 24 h a 37°C em 100% de umidade, antes dos cortes para obtenção dos palitos e também visualização por MEV. A resistência de união foi obtida em MPa e falhas pré-teste foram incluídas com valor zero na análise estatística. Os valores encontrados foram (média ± desvio-padrão): AdheSE One 31,7±21,3**b**; Xeno V 42,8±26,4**ab**;

Bond Force $43,3 \pm 22,1$ **ab**; XP Bond $51,9 \pm 18,6$ **a**. Uma camada híbrida com *tags* foi observada somente nos espécimes que utilizaram o XP Bond, os autocondicionantes mostraram uma interação superficial com a dentina. Os autores relacionaram a superior efetividade do sistema controle ao condicionamento com ácido fosfórico 37%, o que permitiu a remoção total da *smear layer* e *smear plug* e favoreceu a obtenção de uma camada híbrida mais espessa. Os achados de satisfatória resistência de união com limitado sinais de retenção micromecânica sugerem que a união química com cristais de hidroxiapatita remanescente na dentina parcialmente desmineralizada pode exercer um papel importante nos novos sistemas adesivos desenvolvidos.

Sarr M, Kane AW, Vreven J, Mine A, Van Landuyt KL, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B, De Munck J. Microtensile bond strength and interfacial characterization of 11 contemporary adhesives bonded to bur-cut dentin. Oper Dent. 2010;35:94-104.

O estudo avaliou a resistência de união e a ultramorfologia de 11 diferentes sistemas adesivos empregados em dentina. Os sistemas avaliados foram: 2 convencionais de 3 passos – Scotchbond MP e Optibond FL, 3 convencionais de 2 passos – Prime & Bond NT, Single Bond 2 e XP Bond, 2 autocondicionantes de 2 passos – Clearfil SE Bond e Clearfil Protect Bond e 4 autocondicionantes de passo único – Adper Prompt L-Pop, G-Bond, Xeno III e Clearfil S³ Bond. Os autores consideraram “gold-standards” os adesivos Optibond FL e Clearfil SE Bond para convencionais e autocondicionantes, respectivamente. Cinquenta e cinco terceiros molares extraídos (33 para μ TBS e 22 para MET) foram selecionados e após a remoção do esmalte oclusal e obtenção de uma *smear layer* padronizada, os sistemas adesivos foram aplicados de acordo com as orientações do fabricante. Os espécimes foram seccionados para obtenção de palitos com uma área da interface de aproximadamente 0,9

mm² e submetidos ao teste de microtração e também a microscopia eletrônica de transmissão. Os resultados de resistência de união variaram de 11,1 MPa (Adper Prompt L-Pop) a 63,6 MPa (Optibond FL), sendo os maiores valores atribuídos aos sistemas convencionais e autocondicionantes de 2 passos e os menores aos autocondicionantes de passo único. Os sistemas autocondicionantes de 2 passos parecem ter uma adicional união química, o que mostrou uma ótima combinação de efetividade e simplificação do protocolo clínico.

Howard K, Söderholm KJ. Fracture toughness of two dentin adhesives. Dent Mater. 2010;26:1185-92.

O estudo testou a hipótese de que as falhas começam mais facilmente na interface dentina/adesivo com o uso de sistemas autocondicionantes do que com os convencionais. Isto porque o condicionamento mais superficial dos autocondicionantes poderia implicar em uma interface com menor resistência e mais suscetível à degradação. Quarenta e oito espécimes em dentina foram preparados com os sistemas adesivos – convencional de 2 passos, XP Bond e autocondicionante de passo único – G-Bond. Após 7 dias de imersão em água a 37°C os espécimes foram testados e a superfície de fratura foi analisada por MEV. Devido a técnica de preparo dos espécimes ser complexa, 19 espécimes falharam durante a remoção da base e consequentemente somente 17 espécimes do adesivo G Bond e 12 do XP puderam ser testados. O valor de tenacidade à fratura dos sistemas diferiu significativamente, XP Bond – K (IC)= 0,77±0,11 MNm (-3/2) e G Bond - K (IC)= 0,62±0,21 MNm (-3/2), 50% dos espécime do XP Bond tiveram falhas adesivas, 42% mistas e 8% coesiva na resina composta, enquanto 41% dos espécimes do G-Bond tiveram falha adesiva, 53 % mistas e 6% coesiva em resina. A alta porcentagem de falhas mistas não suporta a hipótese de que a interface dentina/adesivo é menos resistente que a interface adesivo/resina composta. A ocorrência de trincas na resina

composta de 6 a 8% sugere que defeitos na estrutura da resina ou na interface adesivo/resina são variáveis importantes a serem consideradas nos testes de adesão.

Reis AF, Giannini M, Pereira PN. Long-term TEM analysis of the nanoleakage patterns in resin-dentin interfaces produced by different bonding strategies. Dent Mater. 2007;23:1164-72.

O objetivo do estudo foi avaliar a efetividade de adesivos contemporâneos, que utilizam diferentes estratégias de união, em prevenir a nanoinfiltração. Vinte terceiros molares foram divididos em 5 grupos (n=4) de acordo com o sistema adesivo empregado: G1 – One-Up Bond (OB), G2: Clearfill SE Bond (SE), G3: Clearfil Protect Bond (CP), G4: Single Bond (SB) e G5: Prime & Bond NT (PB). Os dentes restaurados foram seccionados em fatias de 0,9 mm de espessura e armazenados em água ou óleo mineral por 24 h, 3 ou 6 meses. Uma solução de nitrato de prata foi utilizada para revelar espaços nanométricos de infiltração de água e mudanças que ocorrem com o tempo na interface adesiva, por meio de visualização em microscópio eletrônico de transmissão (MET). Os autocondicionantes de 2 passos SE e CP mostraram pouca nanoinfiltração durante os 6 meses de experimento, já o convencionais de 2 passos exibiram depósito de prata predominantemente na camada híbrida, o que aumentou para o adesivo SB após armazenamento em água. O autocondicionante de passo único OB apresentou grande acúmulo de prata dentro da camada híbrida, onde *water-trees* estavam presentes e projetavam-se para a camada adesiva, estas aumentaram em tamanho e quantidade após armazenamento em água. Após armazenamento em óleo foi observado redução do depósito de prata para todos os grupos testados. Desta forma, nenhum sistema adesivo foi capaz de prevenir totalmente a nanoinfiltração na interface adesiva e diferentes níveis deste fenômeno foram observados para diferentes estratégias de adesão.

Fukuda R, Yoshida Y, Nakayama Y, Okazaki M, Inoue S, Sano H, Suzuki K, Shintani H, Van Meerbeek B. Bonding efficacy of polyalkenoic acids to hydroxyapatite, enamel and dentin. Biomaterials. 2003;24:1861-7.

O objetivo do estudo foi investigar quanto o potencial de união à hidroxiapatita sintética é influenciado pela estrutura molecular do ácido polialquenoico e se isto pode afetar a adesividade em esmalte e dentina. O método utilizado foi a espectroscopia fotoelétrica de Raio-X e espectrometria e emissão atômica para quantificar a eficácia de união química de um ácido polialquenoico com 100% de ácido acrílico (PAA) em comparação a outro com 90% de ácido acrílico e 10% de ácido maléico (s-PA). Para isto foram utilizados espécimes em esmalte e dentina. Os resultados mostraram que os espécimes com PAA alcançaram menor efetividade de união, onde somente metade dos grupamentos carboxílicos apresentou-se aderido à hidroxiapatita. Já nos espécimes com s-PA, dois terços dos grupos carboxílicos mostraram interação com a hidroxiapatita. Desta forma, foi confirmado o menor potencial de união de PAA quando comparado ao s-PA, o que indica que a estrutura molecular do ácido polialquenoico influencia a efetividade de união em substratos que contenham hidroxiapatita.

Van Landuyt KL, De Munck J, Mine A, Cardoso MV, Peumans M, Van Meerbeek B. Filler debonding & subhybrid-layer failures in self-etch adhesives. J Dent Res. 2010;89:1045-50.

A proposta do estudo foi examinar a durabilidade de sistemas autocondicionantes e possíveis mudanças estruturais após 6 meses de armazenamento em água. Seis sistemas adesivos foram testados, sendo 3 autocondicionantes de passo único – Clearfil S³ Bond, G-Bond e iBond, 2 autocondicionantes de 2 passos – Clearfil SE Bond e Clearfil Protect Bond e 1 convencional

de 3 passos, como controle – Optibond FL. O teste de microtração foi realizado para avaliação da resistência de união em esmalte e dentina após 24 horas e 6 meses de armazenamento em água e a caracterização da interface foi feita com auxílio de microscopia eletrônica de transmissão (MET) nos mesmos tempos de armazenamento. Todos os sistemas adesivos demonstraram estabilidade de união em esmalte após 6 meses de armazenamento em água. Para dentina os valores obtidos (média±desvio-parão) foram para 24 horas e 6 meses, respectivamente: Clearfil S³ Bond – 30,0±8,6 e 11,4±4,3; G-Bond – 22,4±7,3 e 10,5±4,0; iBond – 28,3±8,0 e 11,7±5,6; Clearfil SE Bond – 35,3±7,0 e 20,2±6,0; Clearfil Protect Bond – 32,3±9,2 e 22,9±8,8; Optibond FL – 43,4±8,7 e 37,7±17,2. Assim, o estudo confirmou que sistemas adesivos simplificados têm a efetividade de união à dentina reduzida após armazenamento em água. A análise por MET revelou que partículas de cargas podem ser soltas da matriz polimérica devido à hidrólise do agente de união, o que pode gerar falhas na camada adesiva. Adicionalmente foram detectadas falhas sob a camada híbrida o que pode ser atribuído a insuficiente impregnação da camada residual.

Hashimoto M. A review-micromorphological evidence of degradation in resin-dentin bonds and potential preventional solutions. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2010;92:268-80.

O objetivo do estudo foi prover uma revisão crítica do processo de degradação da interface adesiva em dentina, baseado em dados obtido principalmente por microscopia eletrônica de varredura (MEV) e transmissão (MET). Baseado em estudos prévios que demonstraram a redução da resistência de união após armazenamento em água, a degradação pode ser vista como resultado da hidrólise, entretanto a análise micromorfológica pode mostrar várias fases de degradação para cada sistema adesivo. Dentre os principais fenômenos relacionados à

degradação o autor discute a incompleta infiltração das fibras colágenas, que se tornam suscetíveis as enzimas MMPs e também a penetração de água nestes espaços, a nanoinfiltração. Ainda a incompleta cura dos sistemas adesivos pode facilitar a remoção de monômeros resinosos da interface adesiva o que pode fragilizar esta região. O autor relata também a possível hidrólise do agente de união o que ocasionaria a perda de partículas de carga de alguns sistemas adesivos. A durabilidade e o padrão de degradação da interface adesiva muda com o desenvolvimento e aperfeiçoamento dos sistemas adesivos.

Lohbauer U, Wagner A, Belli R, Stoetzel C, Hilpert A, Kurland HD, Grabow J, Müller FA. Zirconia nanoparticles prepared by laser vaporization as fillers for dental adhesives. Acta Biomater. 2010;6:4539-46.

A proposta do estudo foi avaliar o efeito da adição de nanopartículas esféricas de zircônia dentro do primer ou do adesivo de um sistema convencional de 3 passos, disponível comercialmente e correlacionar com características morfológicas da interface. Nanopartículas de zircônia, com tamanhos entre 20-50 nm, foram obtidas pela técnica de vaporização a laser e incorporadas dentro do primer (P) ou do adesivo (A) do sistema convencional Scotchbond Multi-Purpose (SBMP), em concentrações de 5, 10, 15 e 20% e misturadas mecanicamente por ultrassom antes da sua utilização. Os sistemas adesivos experimentais (com carga) e controle (sem carga) foram aplicados de acordo com as recomendações do fabricante em dentina humana. Após a adição da resina composta (Grandio) de forma incremental, os espécimes foram armazenados a 37°C por 24 h e em seguida foram seccionados para obtenção de palitos com área aproximada de 0,65 mm². O teste de microtração foi utilizado para avaliar a resistência de união e a microscopia eletrônica de transmissão (MET) para caracterização interfacial. A incorporação de nanopartículas de zircônia no primer ou no

adesivo aumentou significativamente a resistência de união à dentina por reforçar a camada adesiva e *tags* de resina. A concentração de nanopartículas não afetou a resistência quando adicionadas ao adesivo, mas quando incorporadas ao primer houve uma tendência de aumento da resistência com o aumento da concentração de carga. Diferentes padrões de dispersão das nanopartículas foram observados na interface adesiva de acordo com a solução utilizada. Fotomicrografias de MET sugerem alguma influência da concentração de partículas na reação de separação de fase na solução do primer.

Sadat-Shojai M, Atai M, Nodehi A, Khanlar LN. Hydroxyapatite nanorods as novel fillers for improving the properties of dental adhesives: Synthesis and application. Dent Mater. 2010;26:471-82.

O estudo avaliou o efeito da incorporação de hidroxiapatita sintética em um adesivo experimental nas propriedades mecânicas do adesivo e também resistência de união à dentina. Hidroxiapatita (HAp) na forma de nanopalito foi sintetizada por um procedimento hidrotérmico e caracterizada por XRF, FTIR, MEV, MET e EDXA. Esta nova forma de partícula foi adicionada a um sistema adesivo experimental em diferentes concentrações - 0%, 0,2%, 0,5%, 1%, 2% e 5%, após remoção do solvente as propriedades de tração diametral, resistência flexural, módulo flexural e profundidade de cura foram mensuradas. A estabilidade coloidal do sistema experimental com 0,2% de HAp foi medida. O teste de microcisalhamento foi utilizado para avaliar a resistência de união, onde todos os adesivos experimentais foram utilizados e comparados ao controle, Single Bond 2. Análise da superfície fratura foi realizada com MEV e o mapeamento da superfície foi feito com auxílio do EDX. Os resultados confirmaram a alta pureza, alta cristalinidade e estabilidade coloidal. A resistência à tração diametral e a resistência flexural aumentou quando HAp foi adicionada

na concentração de 0,2-0,5%, enquanto o módulo flexural não alterou. Os maiores valores de resistência ao cisalhamento foram obtidos com a concentração de 0,2%. O mapeamento por EDX confirmou a distribuição uniforme de HAp na matriz adesiva. Os autores concluíram que a HAp pode ser considerada como carga para ser utilizada em adesivos odontológicos, entretanto maior conhecimento sobre a influência destas nanopartículas nos sistemas adesivos ainda é necessário.

Ikemura K, Tay FR, Kouro Y, Endo T, Yoshiyama M, Miyai K, Pashley DH. Optimizing filler content in an adhesive system containing pre-reacted glass-ionomer fillers. Dent Mater. 2003;19:137-46.

Os objetivos do estudo foram: (1) avaliar a concentração ideal de partículas de ionômero de vidro pré-reagidas (PRG-Ca) em um sistema adesivo experimental para liberação de flúor; (2) avaliar a reatividade de polimerização destes adesivos experimentais; (3) examinar a interface formada em dentina com o sistema experimental e comparar com uma versão comercial. Partículas de PRG-Ca foram preparadas a partir de uma reação ácido-base do cálcio tipo fluoroaluminossilicato com ácido poliacrílico em água. A partir disto 7 adesivos experimentais foram preparados com diferentes concentrações de PRG-Ca – 0%, 7%, 17%, 27%, 37%, 47% e 57% todos acrescido de 3% de sílica e como controle foram utilizados 5 adesivos com 0%, 7%, 17%, 27% e 37% de NaF também com 3% de sílica. Incisivos bovinos (n=10) foram utilizados para avaliação da resistência de união pelo teste de cisalhamento e todos os sistemas foram testados após armazenamento em água a 37°C por 24 h. Adicionalmente, os sistemas experimentais foram testados também após envelhecimento artificial por armazenamento em água 70°C por 7 dias. A quantidade de flúor liberada dos adesivos

polimerizados e o diferencial calorimétrico de varredura (DSC) também foram mensurados. Para análise da interface espécimes do adesivo experimental com 17% de PRG-Ca e o do adesivo comercial Imperva Fluoro Bond foram preparados para análise por microscopia eletrônica de transmissão (MET). O aumento no conteúdo de partículas de PRG-Ca foi altamente correlacionado com a redução da resistência de união, aumento da liberação de flúor e redução da energia de polimerização dos adesivos. A concentração de 17% de partículas de PRG-Ca foi o melhor resultado quanto à resistência de união após envelhecimento acelerado.

Kim JS, Cho BH, Lee IB, Um CM, Lim BS, Oh MH, Chang CG, Son HH. Effect of the hydrophilic nanofiller loading on the mechanical properties and the microtensile bond strength of an ethanol-based one-bottle dentin adhesive. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2005;72:284-91.

O estudo avaliou o efeito de nanopartículas hidrófilas nas propriedades mecânicas de adesivos experimentais. Quatro adesivos de frasco único (convencional de 2 passos) com diferentes concentrações de sílica – 0%, 0,5%, 1% e 3% foram formulados. O tamanho médio das partículas foi de 12 nm e o solvente utilizado foi o etanol. As propriedades avaliadas foram resistência flexural, grau de conversão, resistência de união (μ TBS) e distribuição das partículas (MET). Apesar do conteúdo de nanopartículas não ter afetado o grau de conversão, a resistência flexural aumentou com a maior concentração de sílica. No teste de μ TBS o maior valor foi encontrado com 0,5% de nanopartículas, entretanto com 3% de sílica a resistência reduziu significativamente comparada a 0,5%. As imagens de MET sugerem

agregação das partículas com formação de *clusters*, esta agregação pode estar relacionada à queda da resistência quando o adesivo com 3% de sílica foi utilizado.

Atai M, Solhi L, Nodehi A, Mirabedini SM, Kasraei S, Akbari K, Babanzadeh S. PMMA-grafted nanoclay as novel filler for dental adhesives. Dent Mater. 2009;25:339-47.

O objetivo do estudo foi investigar os benefícios da incorporação de uma nova partícula de carga na resistência de união de um sistema adesivo experimental. Partículas de polimetilmetacrilato modificado foram adicionadas em diferentes concentrações, 0%, 0,2%, 0,5%, 1%, 2% e 5%, em um adesivo experimental. Quarenta e nove pré-molares humanos foram selecionados e divididos em 7 grupos (n= 7), 6 com os adesivos experimentais anteriormente citados e 1 controle com a utilização de um sistema comercialmente disponível – Single Bond, foram submetidos aos testes de microcisalhamento e grau de conversão. Os resultados demonstraram que a resistência de união aumentou com 0,5% de partículas no adesivo experimental, entretanto reduziu gradualmente com maior concentração destas. Esta redução foi associada à aglomeração de partículas e aumento da viscosidade do adesivo, o que pode reduzir a penetração da solução na dentina desmineralizada, e conseqüentemente prejudicar uma adequada retenção micromecânica. Quanto ao grau de conversão, não foi encontrada diferença entre os grupos experimentais e nem destes com o grupo controle.

Conde MC, Zanchi CH, Rodrigues-Junior SA, Carreño NL, Ogliari FA, Piva E. Nanofiller loading level: Influence on selected properties of an adhesive resin. J Dent. 2009;37:331-5.

O objetivo do estudo foi avaliar o efeito do conteúdo de partículas na resistência coesiva, grau de conversão e módulo Weibull de um sistema adesivo experimental. Adesivos a base de HEMA, Bis-GMA e TEGDMA foram formulados com diferentes concentrações de sílica: R0= 0%, R1= 1%, R3= 3%, R5= 5% e R10= 10% e o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose (SBMP) foi utilizado como controle. Vinte espécimes para cada grupo, em forma de ampulheta, com área central de 0,5 mm² foram preparados e o teste de tração foi realizado para análise da resistência coesiva. Para análise do grau de conversão foi utilizado espectroscopia de Fourier (FTIR) com 5 espécimes por grupo. Os resultados de resistência coesiva foram em MPa (média \pm desvio-padrão): R0= 65,4 \pm 8,4c; R1= 73,2 \pm 8,8bc; R3= 72,0 \pm 8,4bc; R5= 73,1 \pm 9,7bc; R10= 85,5 \pm 13,1a e SBMP= 79,0 \pm 11,0ab. A análise Weibull não demonstrou diferença entre os grupos e o grau de conversão mostrou semelhança entre os grupos experimentais e maiores valores destes em relação ao controle, o SBMP. Os autores concluíram que a adição de 10% de partículas de sílica melhorou a resistência coesiva do adesivo, sem interferir no grau de conversão ou módulo Weibull.

Lee YK, Pinzon LM, O'Keefe KL, Powers JM. Effect of filler addition on the bonding parameters of dentin bonding adhesives bonded to human dentin. Am J Dent. 2006;19:23-7.

A proposta do estudo foi determinar o efeito da adição de partículas de carga em sistemas adesivos convencionais de frasco único, disponíveis comercialmente, na resistência de união, rigidez e tenacidade à fratura. Dois sistemas adesivos sem carga – One-Step (OS) e Single Bond (SB) e outros dois, a versão destes com carga – One-Step Plus (OSP) e Single Bond Plus (SBP) foram analisados. O OSP apresenta em sua formulação 8% de partículas de vidro de fluoroaluminossilicato e o SBP de 10 a 20% de sílica. A superfície vestibular e a lingual de

dentes extraídos foram desgastadas para exposição de dentina e após o procedimento adesivo um cone de resina composta (TPH Spectrum), com a interface de 3 mm de diâmetro e a base de 5 mm foi construído. Os espécimes foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h e submetidos ao teste de tração. A resistência de união, rigidez e tenacidade à fratura foram calculadas baseadas na curva tensão-deformação de cada espécime testado. As propriedades avaliadas foram influenciadas pelo sistema adesivo (OS/OSP x SB/SBP), mas não pela adição de carga. Houve correlação significativa entre resistência de união e rigidez ($R^2=0,66$) e altamente significativa entre resistência de união e tenacidade à fratura ($R^2=0,90$).

Tay FR, Pashley DH, Yiu C, Cheong C, Hashimoto M, Ito K, Yoshiyama M, King NM. Nanoleakage types and potential implications: evidence from unfilled and filled adhesives with the same resin composition. Am J Dent. 2004;17:182-90.

O objetivo do estudo foi comparar o padrão de nanoinfiltração de um adesivo sem carga – One-Step (OS) e deste adesivo acrescido de 6% de sílica (OSs) e 15% de partículas de vidro de fluoroaluminossilicato (OSg). Dentina coronária profunda de dentes terceiros molares extraídos foram condicionadas com ácido fosfórico 32% e posteriormente foram aplicados os respectivos sistemas adesivos. Em seguida os dentes foram restaurados com resina composta, armazenados em água destilada 37°C por 24 horas e seccionados em fatias de 1 mm para preparo e observação do padrão de nanoinfiltração por microscopia eletrônica de transmissão (MET). Além da avaliação da permeabilidade foi realizada também análise fractográfica dos espécimes submetidos ao teste de microtração. Dois padrões de nanoinfiltração foram encontrados, o tipo reticular que consistiu de pequenas ilhas d parta e estava presente exclusivamente na camada híbrida e o tipo em forma de pontos que consistiu de grãos

isolados de prata e foi evidente através da camada híbrida e adesiva em OS. Estes dois padrões foram observados em extensões variadas nos sistemas com carga, OSs e OSg. Para avaliação da permeabilidade os 2 adesivos testados, OS e OSs foi positiva para penetração de fluídos, parte do movimento destes foi devido a hidrofiliabilidade da camada adesiva. A análise fractográfica revelou fibras colágenas desnudas dentro da camada híbrida fraturada, o que foi indicativo de incompleta infiltração de resina.

Hosaka K, Nakajima M, Takahashi M, Itoh S, Ikeda M, Tagami J, Pashley DH. Relationship between mechanical properties of one-step self-etch adhesives and water sorption. Dent Mater. 2010;26:360-7.

A proposta do estudo foi avaliar a relação entre mudanças no módulo de elasticidade e resistência coesiva de sistemas autocondicionantes de passo único e o grau de sorção de água destes. Cinco sistemas adesivos foram testados: Xeno IV, G Bond, Clearfil S³ Bond, Bond Force e One-Up Bond F Plus. Dez espécimes no formato de ampulheta foram confeccionados para cada sistema adesivo, o módulo de elasticidade foi obtido por meio do teste de resistência flexural de 3 ponto e a resistência coesiva pelo teste de microtração, ambos foram realizados com espécimes secos e após 24 h de imersão em água. A sorção de água foi mensurada com uma modificação da ISO-4049 quanto às dimensões do espécime e tempo de armazenamento. No estado seco, o módulo de elasticidade dos 5 sistemas adesivo variou de 948,1 MPa (G Bond) a 1530,7 MPa (Bond Force), enquanto a resistência à tração foi de 24,4 MPa (G Bond) a 61,5 (Bond Force). Já no estado úmido foi observado uma redução do módulo de elasticidade – 583,8 MPa(One-Up Bond F Plus) a 1072,8 MPa (Xeno IV) e resistência à tração – 16,5 MPa a 35,0 MPa. A sorção de água variou de 32,1 (G Bond) a

105,8 gmm⁻³(One-Up Bond F Plus). Desta forma, o módulo de elasticidade e resistência coesiva dos sistemas autocondicionantes foram afetados pelo armazenamento em água, sendo a sorção dependente da formulação de cada adesivo. A resistência à tração dos sistemas adesivos avaliados foi correlacionada à sorção de água, enquanto que no módulo de elasticidade tal correlação não foi significativa.

Kim J, Mai S, Carrilho MR, Yiu CK, Pashley DH, Tay FR. An all-in-one adhesive does not etch beyond hybrid layers. J Dent Res. 2010;89:482-7.

O primeiro objetivo do estudo foi determinar as mudanças na interface de um adesivo autocondicionante agressivo após 6 semanas de armazenamento em água e glicerina. E o segundo objetivo foi correlacionar os eventos observados nos regimes de envelhecimento artificial com os resultados da estratégia de remineralização biomimética. Vinte terceiros molares humanos foram selecionados e após a remoção do esmalte oclusal e padronização da smear layer o sistema adesivo Adper Prompt L-Pop foi aplicado na dentina por 15 ou 60s. Em seguida da aplicação da resina composta os dentes foram mantidos em a 37°C em 100% de umidade relativa por 24h e então seccionados em fatias de 0,3 mm de espessura. Três fatias de cada dente foram selecionadas e divididas aleatoriamente em 3 grupos: água deionizada, glicerina e remineralização biomimética. Após 6 semanas de armazenamento os grupos da água deionizada e glicerina foram avaliados por microscopia de varredura a laser confocal (MVLC), microscopia eletrônica de varredura (MEV) e microscopia eletrônica de transmissão (MET). O grupo da remineralização foi observado pelos mesmos métodos após 3 e 6 meses de armazenamento. A análise morfológica não indicou aumento de espessura entre os grupos água e glicerina para ambos os tempos de aplicação do ácido. O processo de

remineralização foi demonstrado pelo aumento da camada híbrida obtida com maior tempo de condicionamento – 60s, após 6 meses de armazenamento. Desta forma, existe uma zona de fibras incompletamente infiltradas por resina na camada híbrida criada por um sistema autocondicionante agressivo. Entretanto, este fato não está relacionado ao contínuo condicionamento por monômeros ácidos remanescentes. Esta zona de incompleta infiltração pode ter a degradação acelerada quando exposta ao meio de glicerina e amenizada sob armazenamento em meio remineralizador.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. J Dent Res. 2004;83:454-8.

O estudo teve como objetivo comparar o desempenho e estabilidade de união de alguns monômeros funcionais à hidroxiapatita. Três monômeros foram testados: 4-MET, phenyl-P e 10-MDP, estes foram caracterizados com hidroxiapatita sintética. A hidroxiapatita pura foi utilizada como controle e todos os grupos foram submetidos à espectroscopia fotoelétrica de Raio-X (XPS), onde dados quantitativos foram obtidos por observação da área de pico. A taxa de dissolução de sais de cálcio foi mensurada por espectrofotometria de absorção atômica (AAS), onde a quantidade de cálcio extraído foi medida. A interação dos monômeros funcionais com a dentina foi visualizada por microscopia eletrônica de transmissão (MET), nesta avaliação as superfícies dentinária foram tratadas com os sistemas adesivos UniFil Bond, Clearfil Liner Bond 2 e Clearfil SE Bond, os quais contém os monômeros 4-MET, phenyl-P e 10-MDP, respectivamente. O monômero 10-MDP aderiu rapidamente à hidroxiapatita e esta união foi estável, uma vez que apresentou baixa taxa de dissolução de

sais de cálcio em água. Já a união do monômero 4-MET foi menor e o phenyl-P não demonstrou estabilidade hidrolítica. Desta forma, os monômeros funcionais têm a capacidade de interagir com componentes da dentina, entretanto a eficácia desta união assim como a sua estabilidade depende do tipo de monômero. Esta interação pode contribuir para o desempenho do sistema adesivo nos tecidos dentais.

Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. J Dent Res. 2008;87:757-61.

Este estudo avaliou a influência da estrutura química de monômeros funcionais na efetividade dos sistemas adesivos. Três monômeros funcionais fosfatados foram testados: HAEPa, EAEPa e MAEPa, este apresentaram grupos carboxil, etil e phenyl-P esterificados, respectivamente e o monômero 10-MDP foi utilizado como controle. O potencial de união química foi medido por espectrofotometria de absorção atômica (AAS) e a estabilidade mensurada pela taxa de dissolução de sais de cálcio. O teste de microtração (μ TBS) e análise por microscopia eletrônica de transmissão (MET) foram utilizados para avaliar o desempenho dos sistemas adesivos. Para a μ TBS e MET, foram desenvolvidos *primers* e cimentos adesivos com os monômeros funcionais em questão. Os resultados em esmalte demonstraram maior resistência de união para o *primer* com 10-MDP e o pior resultado foi demonstrado pelo HAEPa, com muitas falhas pré-teste. Em dentina, todos os espécimes com HAEPa e a maioria com EAEPa falharam antes de serem testados e a resistência de união em ordem decrescente foi 10-MDP > MAEPa > EAEPa > HAEPa. A maior estabilidade de união foi apresentada pelo monômero 10-MDP e a mais baixa pelo HAEPa. Desta forma, a alta

capacidade de união e a estabilidade desta foram diretamente relacionadas à alta resistência de união à estrutura dentária.

Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, Van Meerbeek B. Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin. J Dent Res. 2005;84:1160-4.

O estudo investigou a hipótese de que a interação química com a dentina pode melhorar a estabilidade de união. Três sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos, disponíveis comercialmente, foram utilizados: Clearfill SE Bond que contém o monômero 10-MDP, Unifil Bond, com monômero 4-MET e Clearfil Liner Bond II, com o monômero phenyl-P. Cinquenta e quatro terceiros molares humanos foram selecionados para obtenção de dentina coronária, que após a produção de *smear layer* padronizada foi tratada com os sistemas adesivos citados anteriormente. Posteriormente a restauração com resina composta e armazenamento a 37°C, fatias foram obtidas para confecção de espécimes na forma de ampulheta. O teste de microtração foi realizado imediatamente (controle) ou após termociclagem por 10.000, 20.000, 30.000, 50.000 ou 100.000 ciclos em banhos alternados a 5 e 55°C, 3 dentes foram utilizados para cada adesivo, em cada regime específico de teste. A resistência de união do adesivo Clearfill SE Bond não reduziu mesmo após 100.000 ciclos, entretanto a do Unifil diminuiu significativamente após 50.000 e a do Clearfil Liner Bond II após 30.000 ciclos. Alterações estruturais da interface, visualizadas por MET, foram encontradas para os sistemas com monômeros 4-MET e phenyl-P, mas não para 10-MDP. Desta forma, o estudo confirmou a hipótese de que a durabilidade de união depende do potencial de interação do monômero funcional com a dentina.

King NM, Tay FR, Pashley DH, Hashimoto M, Ito S, Brackett WW, García-Godoy F, Sunico M. Conversion of one-step to two-step self-etch adhesives for improved efficacy and extended application. *Am J Dent.* 2005;18:126-34.

O objetivo do estudo foi comparar a efetividade de adesivos autocondicionantes de passo único com os mesmo convertidos em 2 passos pela aplicação de uma camada de resina hidrófoba. Três sistemas adesivos foram avaliados: iBond, Xeno III e Adper Prompt, todos foram utilizados de acordo com as recomendações do fabricante e também com uma cobertura de resina fluída (*Bond*) do sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose. Os métodos utilizados foram microtração para determinar a resistência de união, microscopia eletrônica de transmissão (MET) para análise da interface e padrão de nanoinfiltração, mensuração da permeabilidade pelo fluxo de fluído e transudação. Todos os adesivos apresentaram alta permeabilidade quando utilizados na forma de passo único, esta foi reduzida com a utilização de uma camada hidrófoba, assim como maiores valores de resistência de união foram obtidos.

Osorio R, Pisani-Proenca J, Erhardt MC, Osorio E, Aguilera FS, Tay FR, Toledano M. Resistance of ten contemporary adhesives to resin-dentine bond degradation. *J Dent.* 2008;36:163-9.

O objetivo do estudo *in vitro* foi avaliar a degradação da interface em dentina após armazenamento em água por 24 h, 6 meses e 1 ano. Sessenta dentes terceiros molares humanos foram selecionados e divididos em 10 grupos (n=6), de acordo com os sistemas adesivos testados: convencionais de 2 passo – Single Bond (SB) e Prime & Bond NT (PB), autocondicionantes de 2 passos – Clearfil SE Bond (SEB), Resulcin Aqua Prime (RES), Prime & Bond NT, com condicionador mas, sem lavagem (NRC-PB) e autocondicionantes de

passo único – Etch & Prime 3.0 (EP), Prompt L-Pop (PLP), Solist (SOL), Futurabond (FUT) e AQ Bond (AQ). Os sistemas adesivos foram utilizados de acordo com as recomendações do fabricante e após a aplicação da resina composta foram armazenados a 37°C por 24 h, 6 meses ou 1 ano. Imediatamente antes do teste de microtração os espécimes foram seccionados na forma de palitos com a área da interface de aproximadamente 1 mm². Os maiores valores de resistência de união foram dos sistemas SB, PBNT e SEB, considerando o tempo de armazenamento. Redução significativa foi observada para SOL após 6 meses sob o efeito da água e após 1 ano somente os grupos SB e SEB não demonstraram redução da resistência. Neste período de avaliação os sistemas NRC-PBNT, RES e FUT produziram muitas falhas pré-teste o que impossibilitou a mensuração. Desta forma, sistemas convencionais e o autocondicionante SEB exibiram a melhor durabilidade de união, enquanto os autocondicionantes com $\text{pH} \leq 1$, com água ou acetona na sua composição resultaram em falha catastrófica após 1 ano de armazenamento.

APÊNDICE 2 – FOTOS REFERENTES À METODOLOGIA



Figura 5: Dentes terceiros molares humanos extraídos utilizados na pesquisa.



Figura 6: Dente embutido em resina acrílica para facilitar o corte.



Figura 7: Dente fixado perpendicularmente ao disco diamantado, acoplado à máquina de corte (Struers A/S).

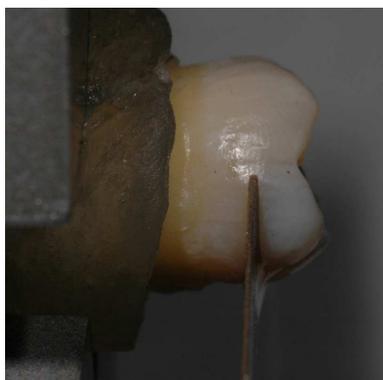


Figura 8: Primeiro corte com disco diamantado, sob refrigeração, para remoção do esmalte oclusal.

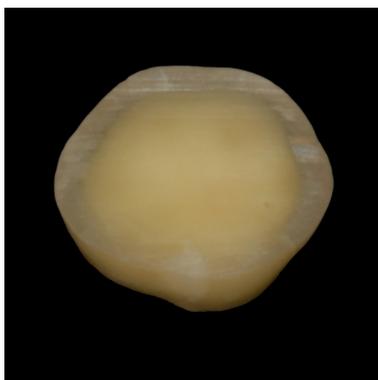


Figura 9: Após 2 cortes paralelos, uma fatia de cada dente foi obtida. Um total de 6 fatias, por grupo, foram utilizadas para o teste de microtração e 1 para visualização em MEV.



Figura 10: As superfícies de dentina foram lixadas por 60 s com lixa de carbeto de silício (# 600), para criar uma *smear layer* padronizada na superfície coronal.



Figura 11: Sistemas adesivos convencionais avaliados – Single Bond 2 (3M ESPE), XP Bond (Dentsply) e Scotchbond Multi-Usado (3M ESPE), da esquerda para direita.



Figura 12: Sistemas adesivos autocondicionantes avaliados - One-Up Bond F Plus (Tokuyama), Clearfil SE Bond (Kuraray) e Adper SE Plus (3M ESPE), da esquerda para direita.

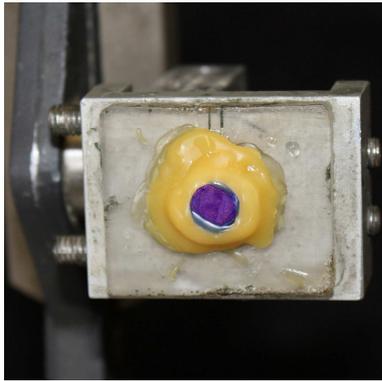


Figura 13: Após a construção de blocos de resina composta e armazenamento em água destilada, os dentes foram fixados em uma placa acrílica com cera pegajosa.

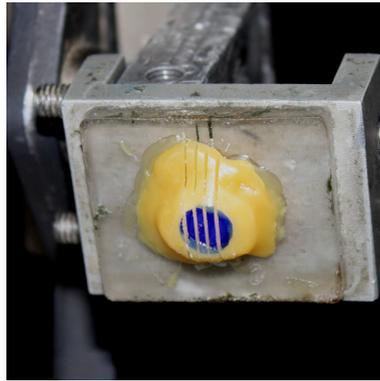


Figura 14: Cortes paralelos sequenciais realizados com disco diamantado em cortadeira metalográfica de precisão.

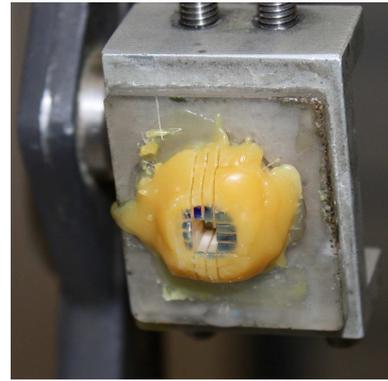


Figura 15: O dispositivo com a placa acrílica é girado para realização de cortes sequenciais, perpendicularmente aos anteriormente realizados.

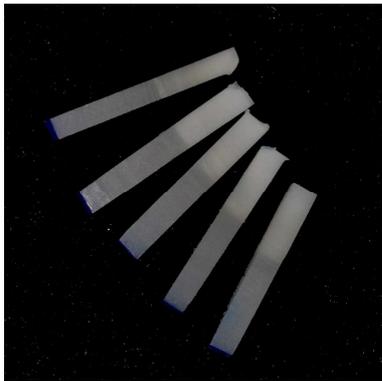


Figura 16: Palitos obtidos com área transversal de aproximadamente $0,8 \text{ mm}^2$, utilizados no teste de microtração.

APÊNDICE 3 – ANÁLISE ESTATÍSTICA

Teste de Normalidade de Kolmogorov-Smirnov para a variável Resistência de União segundo Adesivos x Tempos

Adesivos x Tempos	Estatística	G.L.	Valor p
Scotchbond 24 horas	0,355629818	6	0,0170
Scotchbond 1 mês	0,200660297	6	0,2000
Scotchbond 3 meses	0,250816872	6	0,2000
Scotchbond 6 meses	0,245693298	6	0,2000
Single Bond 24 horas	0,402921278	6	0,0028
Single Bond 1 mês	0,129673694	6	0,2000
Single Bond 3 meses	0,229622386	6	0,2000
Single Bond 6 meses	0,211168629	6	0,2000
XP Bond 24 horas	0,222230967	6	0,2000
XP Bond 1 mês	0,270934805	6	0,1919
XP Bond 3 meses	0,194635297	6	0,2000
XP Bond 6 meses	0,184099314	6	0,2000
Clearfill SE 24 horas	0,345902754	6	0,0237
Clearfill SE 1 mês	0,2540715	6	0,2000
Clearfill SE3 meses	0,200115704	6	0,2000
Clearfill SE6 meses	0,168179622	6	0,2000
Adper SE 24 horas	0,228055938	6	0,2000
Adper SE 1 mês	0,223063209	6	0,2000
Adper SE 3 meses	0,183125461	6	0,2000
Adper SE 6 meses	0,24185016	6	0,2000
One Up 24 horas	0,297338424	6	0,1053

One Up 1 mês	0,121709389	6	0,2000
--------------	-------------	---	--------

Teste de Homogeneidade de Variâncias de Levene para a variável Resistência de União segundo Adesivos x Tempos

Levene Statistic	G.L.1	G.L.2	Valor p
3,653538138	21	110	0,0000

Estatísticas descritivas da Resistência de União segundo Adesivos

Adesivos	n	Média	Mediana	Desvio Padrão	Erro Padrão	C.V.(%)	95% Confidence Interval for Mean	
							Lower Bound	Upper Bound
Scotchbond	24	26,95	27,72	3,72	0,76	13,81	25,38	28,53
Single Bond	24	29,41	29,37	5,53	1,13	18,79	27,08	31,75
XP Bond	24	39,01	39,92	2,99	0,61	7,66	37,75	40,27
Clearfill SE	24	36,12	36,11	4,04	0,82	11,18	34,41	37,82
Adper SE	24	27,33	28,67	5,02	1,03	18,38	25,21	29,45
One Up	12	29,08	29,44	4,31	1,25	14,84	26,34	31,82

Estatísticas descritivas da Resistência de União segundo Tempos

Tempos	n	Média	Mediana	Desvio Padrão	Erro Padrão	C.V.(%)	95% Confidence Interval for Mean	
							Lower Bound	Upper Bound

24 horas	36								
		30,35	31,91	6,98	1,16	22,99	27,99	32,72	
1 mês	36								
		31,53	30,42	5,95	0,99	18,88	29,52	33,55	
3 meses	30								
		33,52	32,46	6,07	1,11	18,12	31,25	35,79	
6 meses	30								
		30,91	29,73	6,29	1,15	20,34	28,57	33,26	

Estadísticas descritivas da Resistência de União segundo Adesivos x Tempos

Adesivos x Tempos	n	Média	Mediana	Desvio Padrão	Erro Padrão	C.V.(%)	95% Confidence Interval for Mean	
							Lower Bound	Upper Bound
Scotchbond 24 horas	6	23,31	25,97	4,98	2,03	21,38	18,08	28,54
Scotchbond 1 mês	6	28,42	28,99	2,54	1,04	8,93	25,76	31,09
Scotchbond 3 meses	6	28,17	29,02	2,52	1,03	8,94	25,52	30,81
Scotchbond 6 meses	6	27,92	28,81	2,17	0,89	7,78	25,64	30,19
Single Bond 24 horas	6	33,60	35,26	4,81	1,97	14,33	28,55	38,65
Single Bond 1 mês	6	32,75	33,06	4,00	1,63	12,20	28,55	36,94
Single Bond 3 meses	6	28,40	29,04	3,43	1,40	12,07	24,80	31,99
Single Bond 6 meses	6	22,91	22,92	1,83	0,75	8,00	20,99	24,84
XP Bond 24 horas	6	34,89	34,81	2,67	1,09	7,66	32,09	37,70
XP Bond 1 mês	6	40,89	41,10	1,42	0,58	3,48	39,39	42,38
XP Bond 3 meses	6	40,25	40,51	1,87	0,76	4,65	38,29	42,22
XP Bond 6 meses	6	40,00	40,00	0,88	0,36	2,20	39,08	40,93
Clearfill SE 24 horas	6	36,19	38,98	5,62	2,29	15,52	30,29	42,08
Clearfill SE 1 mês	6	33,48	34,67	2,91	1,19	8,69	30,42	36,53
Clearfill SE 3 meses	6	39,74	39,80	2,82	1,15	7,09	36,78	42,69
Clearfill SE 6 meses	6	35,08	35,15	1,30	0,53	3,69	33,72	36,44

Adper SE 24 horas	6							
Adper SE 1 mês	6	24,01	24,71	6,52	2,66	27,16	17,17	30,85
Adper SE 3 meses	6	25,63	24,34	4,79	1,95	18,67	20,60	30,65
Adper SE 6 meses	6	31,04	31,00	3,22	1,32	10,39	27,65	34,42
One Up 24 horas	6	28,65	29,23	2,23	0,91	7,78	26,31	30,99
One Up 1 mês	6	30,13	32,26	5,06	2,06	16,78	24,82	35,43
		28,04	27,82	3,57	1,46	12,74	24,29	31,79

ANOVA - Adesivo

Resistência de União (MPa)

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Valor p	Observed Power
Adesivo	2953,145684	5	590,6291369	31,18247997	0,00000	1,0000
Erro	2386,573207	126	18,9410572			
Total	5339,718892	131				

ANOVA - Tempo

Resistência de União (MPa)

Source	Sum of Squares	df	Mean Square	F	Valor p	Observed Power
Tempo	179,7374238	3	59,91247461	1,486206258	0,22141	0,3855
Erro	5159,981468	128	40,31235522			
Total	5339,718892	131				

ANOVA - Adesivo x Tempo

Dependent Variable: Resistência de União (MPa)

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Valor p	Observed Power
AdesivosxTempos	3946,109074	21	187,9099559	14,83205334	0,0000	1,0000
Erro	1393,609818	110	12,66918016			
Total	5339,718892	131				

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Resistência de União (MPa)

Games-Howell

(I) Adesivos	(J) Adesivos	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Valor p	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Scotchbond	Single Bond	-2,46046	1,36014	0,47165	-6,52881	1,60790
	XP Bond	-12,05542	0,97415	0,00000	-14,95749	-9,15334
	Clearfill SE	-9,16617	1,12096	0,00000	-12,49989	-5,83244
	Adper SE	-0,37771	1,27615	0,99967	-4,18564	3,43023
	One Up	-2,12821	1,45888	0,69262	-6,72734	2,47093
Single Bond	Scotchbond	2,46046	1,36014	0,47165	-1,60790	6,52881
	XP Bond	-9,59496	1,28243	0,00000	-13,45693	-5,73299
	Clearfill SE	-6,70571	1,39721	0,00028	-10,87624	-2,53518
	Adper SE	2,08275	1,52454	0,74652	-2,45171	6,61721
	One Up	0,33225	1,68047	0,99995	-4,80859	5,47309
XP Bond	Scotchbond	12,05542	0,97415	0,00000	9,15334	14,95749
	Single Bond	9,59496	1,28243	0,00000	5,73299	13,45693
	Clearfill SE	2,88925	1,02527	0,07391	-0,17019	5,94869
	Adper SE	11,67771	1,19298	0,00000	8,09615	15,25927
	One Up	9,92721	1,38671	0,00002	5,47428	14,38014
Clearfill SE	Scotchbond	9,16617	1,12096	0,00000	5,83244	12,49989
	Single Bond	6,70571	1,39721	0,00028	2,53518	10,87624
	XP Bond	-2,88925	1,02527	0,07391	-5,94869	0,17019
	Adper SE	8,78846	1,31559	0,00000	4,86928	12,70764
	One Up	7,03796	1,49350	0,00147	2,36205	11,71387

Adper SE	Scotchbond	0,37771	1,27615	0,99967	-3,43023	4,18564
	Single Bond	-2,08275	1,52454	0,74652	-6,61721	2,45171
	XP Bond	-11,67771	1,19298	0,00000	-15,25927	-8,09615
	Clearfill SE	-8,78846	1,31559	0,00000	-12,70764	-4,86928
	One Up	-1,75050	1,61325	0,88277	-6,71621	3,21521
One Up	Scotchbond	2,12821	1,45888	0,69262	-2,47093	6,72734
	Single Bond	-0,33225	1,68047	0,99995	-5,47309	4,80859
	XP Bond	-9,92721	1,38671	0,00002	-14,38014	-5,47428
	Clearfill SE	-7,03796	1,49350	0,00147	-11,71387	-2,36205
	Adper SE	1,75050	1,61325	0,88277	-3,21521	6,71621

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Resistência de União (MPa)
Games-Howell

(I) Tempos	(J) Tempos	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Valor p	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
24 horas	1 mês	-1,17811	1,52860	0,86738	-5,20357	2,84735
	3 meses	-3,16392	1,60691	0,21054	-7,40294	1,07510
	6 meses	-0,55942	1,63399	0,98607	-4,87038	3,75155
1 mês	24 horas	1,17811	1,52860	0,86738	-2,84735	5,20357
	3 meses	-1,98581	1,48783	0,54473	-5,91486	1,94325
	6 meses	0,61869	1,51703	0,97689	-3,38911	4,62650
3 meses	24 horas	3,16392	1,60691	0,21054	-1,07510	7,40294
	1 mês	1,98581	1,48783	0,54473	-1,94325	5,91486
	6 meses	2,60450	1,59591	0,36907	-1,61701	6,82601
6 meses	24 horas	0,55942	1,63399	0,98607	-3,75155	4,87038
	1 mês	-0,61869	1,51703	0,97689	-4,62650	3,38911
	3 meses	-2,60450	1,59591	0,36907	-6,82601	1,61701

Multiple Comparisons

Dependent Variable: Resistência
de União (MPa)
Games-Howell

(I) Adesivos x Tempos	(J) Adesivos x Tempos	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Valor p	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
Scotchbond 24 horas	Scotchbond 1 mês	-5,11233	2,28335	0,75948	-16,66986	6,44520
	Scotchbond 3 meses	-4,85467	2,27925	0,80644	-16,41023	6,70090
	Scotchbond 6 meses	-4,60550	2,21922	0,82579	-16,16192	6,95092
	Single Bond 24 horas	-10,28850	2,82873	0,18687	-23,45724	2,88024
	Single Bond 1 mês	-9,43467	2,60773	0,19658	-21,71237	2,84303
	Single Bond 3 meses	-5,08850	2,46908	0,84124	-16,94515	6,76815
	Single Bond 6 meses	0,39733	2,16772	1,00000	-11,21042	12,00508
	XP Bond 24 horas	-11,58250	2,30853	0,04982	-23,15723	-0,00777
	XP Bond 1 mês	-17,57600	2,11588	0,00698	-29,29301	-5,85899
	XP Bond 3 meses	-16,94217	2,17328	0,00701	-28,54182	-5,34251
	XP Bond 6 meses	-16,69350	2,06611	0,01088	-28,58199	-4,80501
	Clearfill SE 24 horas	-12,87550	3,06555	0,09201	-27,19219	1,44119
	Clearfill SE 1 mês	-10,16500	2,35578	0,09996	-21,79403	1,46403
	Clearfill SE 3 meses	-16,42617	2,33678	0,00625	-28,03010	-4,82224
	Clearfill SE 6 meses	-11,77050	2,10216	0,04975	-23,52768	-0,01332
	Adper SE 24 horas	-0,69833	3,35024	1,00000	-16,55536	15,15870
	Adper SE 1 mês	-2,31617	2,82060	0,99999	-15,44849	10,81616
	Adper SE 3 meses	-7,72600	2,42316	0,33600	-19,47560	4,02360
	Adper SE 6 meses	-5,34283	2,22886	0,68674	-16,89514	6,20947
	One Up 24 horas	-6,81667	2,89825	0,71147	-20,30578	6,67245
One Up 1 mês	-4,72600	2,50340	0,90414	-16,67416	7,22216	
Scotchbond 1 mês	Scotchbond 24 horas	5,11233	2,28335	0,75948	-6,44520	16,66986
	Scotchbond 3 meses	0,25767	1,45938	1,00000	-6,53439	7,04972
	Scotchbond 6 meses	0,50683	1,36373	1,00000	-5,87755	6,89121
	Single Bond 24 horas	-5,17617	2,22183	0,71856	-16,35027	5,99794

	Single Bond 1 mês	-4,32233	1,93263	0,76379	-13,72158	5,07692
	Single Bond 3 meses	0,02383	1,74102	1,00000	-8,24872	8,29638
	Single Bond 6 meses	5,50967	1,27821	0,08755	-0,58524	11,60457
	XP Bond 24 horas	-6,47017	1,50470	0,07977	-13,47747	0,53714
	XP Bond 1 mês	-12,46367	1,18818	0,00041	-18,37236	-6,55497
	XP Bond 3 meses	-11,82983	1,28762	0,00045	-17,95213	-5,70754
	XP Bond 6 meses	-11,58117	1,09709	0,00144	-17,50647	-5,65587
	Clearfill SE 24 horas	-7,76317	2,51643	0,39378	-20,78194	5,25561
	Clearfill SE 1 mês	-5,05267	1,57624	0,31600	-12,42142	2,31609
	Clearfill SE 3 meses	-11,31383	1,54769	0,00202	-18,53554	-4,09213
	Clearfill SE6 meses	-6,65817	1,16357	0,02570	-12,54606	-0,77027
	Adper SE 24 horas	4,41400	2,85638	0,96986	-10,74417	19,57217
	Adper SE 1 mês	2,79617	2,21147	0,99568	-8,31346	13,90580
	Adper SE 3 meses	-2,61367	1,67527	0,97657	-10,51601	5,28868
	Adper SE 6 meses	-0,23050	1,37936	1,00000	-6,67634	6,21534
	One Up 24 horas	-1,70433	2,30969	1,00000	-13,42646	10,01779
	One Up 1 mês	0,38633	1,78937	1,00000	-8,16468	8,93734
Scotchbond 3 meses	Scotchbond 24 horas	4,85467	2,27925	0,80644	-6,70090	16,41023
	Scotchbond 1 mês	-0,25767	1,45938	1,00000	-7,04972	6,53439
	Scotchbond 6 meses	0,24917	1,35685	1,00000	-6,09901	6,59734
	Single Bond 24 horas	-5,43383	2,21762	0,66202	-16,60494	5,73727
	Single Bond 1 mês	-4,58000	1,92778	0,69791	-13,96968	4,80968
	Single Bond 3 meses	-0,23383	1,73564	1,00000	-8,49036	8,02269
	Single Bond 6 meses	5,25200	1,27087	0,10836	-0,80064	11,30464
	XP Bond 24 horas	-6,72783	1,49847	0,06231	-13,70781	0,25214
	XP Bond 1 mês	-12,72133	1,18029	0,00032	-18,58134	-6,86133
	XP Bond 3 meses	-12,08750	1,28034	0,00035	-18,16821	-6,00679
	XP Bond 6 meses	-11,83883	1,08853	0,00119	-17,71048	-5,96719
	Clearfill SE 24 horas	-8,02083	2,51271	0,35703	-21,04074	4,99907
	Clearfill SE 1 mês	-5,31033	1,57029	0,25768	-12,65563	2,03497
	Clearfill SE3 meses	-11,57150	1,54164	0,00165	-18,76825	-4,37475
	Clearfill SE6 meses	-6,91583	1,15551	0,01967	-12,75342	-1,07825
	Adper SE 24 horas	4,15633	2,85311	0,98087	-11,00581	19,31848
	Adper SE 1 mês	2,53850	2,20723	0,99841	-8,56795	13,64495
	Adper SE 3 meses	-2,87133	1,66968	0,94973	-10,75492	5,01225

	Adper SE 6 meses	-0,48817	1,37256	1,00000	-6,89886	5,92253
	One Up 24 horas	-1,96200	2,30564	0,99996	-13,68257	9,75857
	One Up 1 mês	0,12867	1,78413	1,00000	-8,40814	8,66548
Scotchbond 6 meses	Scotchbond 24 horas	4,60550	2,21922	0,82579	-6,95092	16,16192
	Scotchbond 1 mês	-0,50683	1,36373	1,00000	-6,89121	5,87755
	Scotchbond 3 meses	-0,24917	1,35685	1,00000	-6,59734	6,09901
	Single Bond 24 horas	-5,68300	2,15588	0,57769	-16,84096	5,47496
	Single Bond 1 mês	-4,82917	1,85642	0,59047	-14,11415	4,45582
	Single Bond 3 meses	-0,48300	1,65602	1,00000	-8,54094	7,57494
	Single Bond 6 meses	5,00283	1,15978	0,08071	-0,43221	10,43787
	XP Bond 24 horas	-6,97700	1,40548	0,03588	-13,58559	-0,36841
	XP Bond 1 mês	-12,97050	1,05974	0,00007	-18,09787	-7,84313
	XP Bond 3 meses	-12,33667	1,17014	0,00010	-17,81158	-6,86176
	XP Bond 6 meses	-12,08800	0,95649	0,00034	-17,12961	-7,04639
	Clearfill SE 24 horas	-8,27000	2,45839	0,31184	-21,33171	4,79171
	Clearfill SE 1 mês	-5,55950	1,48182	0,17059	-12,59386	1,47486
	Clearfill SE3 meses	-11,82067	1,45142	0,00107	-18,68329	-4,95804
	Clearfill SE6 meses	-7,16500	1,03207	0,00607	-12,23961	-2,09039
	Adper SE 24 horas	3,90717	2,80539	0,98591	-11,33271	19,14704
	Adper SE 1 mês	2,28933	2,14519	0,99921	-8,80145	13,38012
	Adper SE 3 meses	-3,12050	1,58675	0,87647	-10,76475	4,52375
	Adper SE 6 meses	-0,73733	1,27039	1,00000	-6,65073	5,17606
	One Up 24 horas	-2,21117	2,24632	0,99968	-13,93812	9,51579
	One Up 1 mês	-0,12050	1,70678	1,00000	-8,48566	8,24466
Single Bond 24 horas	Scotchbond 24 horas	10,28850	2,82873	0,18687	-2,88024	23,45724
	Scotchbond 1 mês	5,17617	2,22183	0,71856	-5,99794	16,35027
	Scotchbond 3 meses	5,43383	2,21762	0,66202	-5,73727	16,60494
	Scotchbond 6 meses	5,68300	2,15588	0,57769	-5,47496	16,84096
	Single Bond 1 mês	0,85383	2,55403	1,00000	-11,13185	12,83951
	Single Bond 3 meses	5,20000	2,41230	0,80203	-6,32502	16,72502
	Single Bond 6 meses	10,68583	2,10282	0,06234	-0,51396	21,88563
	XP Bond 24 horas	-1,29400	2,24770	1,00000	-12,49184	9,90384
	XP Bond 1 mês	-7,28750	2,04935	0,27382	-18,59074	4,01574
	XP Bond 3 meses	-6,65367	2,10856	0,37654	-17,84624	4,53891
	XP Bond 6 meses	-6,40500	1,99791	0,38196	-17,87959	5,06959

	Clearfill SE 24 horas	-2,58700	3,02001	0,99998	-16,72302	11,54902
	Clearfill SE 1 mês	0,12350	2,29621	1,00000	-11,14150	11,38850
	Clearfill SE3 meses	-6,13767	2,27671	0,54482	-17,37232	5,09698
	Clearfill SE6 meses	-1,48200	2,03518	0,99999	-12,82474	9,86074
	Adper SE 24 horas	9,59017	3,30862	0,44523	-6,13806	25,31839
	Adper SE 1 mês	7,97233	2,77103	0,44941	-4,92412	20,86879
	Adper SE 3 meses	2,56250	2,36528	0,99939	-8,84222	13,96722
	Adper SE 6 meses	4,94567	2,16580	0,73844	-6,21025	16,10159
	One Up 24 horas	3,47183	2,85004	0,99807	-9,80003	16,74370
	One Up 1 mês	5,56250	2,44742	0,74882	-6,06395	17,18895
Single Bond 1 mês	Scotchbond 24 horas	9,43467	2,60773	0,19658	-2,84303	21,71237
	Scotchbond 1 mês	4,32233	1,93263	0,76379	-5,07692	13,72158
	Scotchbond 3 meses	4,58000	1,92778	0,69791	-4,80968	13,96968
	Scotchbond 6 meses	4,82917	1,85642	0,59047	-4,45582	14,11415
	Single Bond 24 horas	-0,85383	2,55403	1,00000	-12,83951	11,13185
	Single Bond 3 meses	4,34617	2,14888	0,86001	-5,71184	14,40417
	Single Bond 6 meses	9,83200	1,79454	0,03679	0,57200	19,09200
	XP Bond 24 horas	-2,14783	1,96231	0,99931	-11,61176	7,31609
	XP Bond 1 mês	-8,14133	1,73157	0,09166	-17,45800	1,17533
	XP Bond 3 meses	-7,50750	1,80126	0,13338	-16,76673	1,75173
	XP Bond 6 meses	-7,25883	1,67038	0,14517	-16,73586	2,21820
	Clearfill SE 24 horas	-3,44083	2,81406	0,99766	-16,88654	10,00487
	Clearfill SE 1 mês	-0,73033	2,01769	1,00000	-10,33990	8,87923
	Clearfill SE3 meses	-6,99150	1,99547	0,23269	-16,53899	2,55599
	Clearfill SE6 meses	-2,33583	1,71477	0,98820	-11,68482	7,01316
	Adper SE 24 horas	8,73633	3,12178	0,49646	-6,54099	24,01365
	Adper SE 1 mês	7,11850	2,54502	0,48858	-4,81875	19,05575
	Adper SE 3 meses	1,70867	2,09597	0,99999	-8,15328	11,57061
	Adper SE 6 meses	4,09183	1,86793	0,78232	-5,20506	13,38872
	One Up 24 horas	2,61800	2,63083	0,99983	-9,78707	15,02307
	One Up 1 mês	4,70867	2,18824	0,80660	-5,50638	14,92371
Single Bond 3 meses	Scotchbond 24 horas	5,08850	2,46908	0,84124	-6,76815	16,94515
	Scotchbond 1 mês	-0,02383	1,74102	1,00000	-8,29638	8,24872
	Scotchbond 3 meses	0,23383	1,73564	1,00000	-8,02269	8,49036
	Scotchbond 6 meses	0,48300	1,65602	1,00000	-7,57494	8,54094

	Single Bond 24 horas	-5,20000	2,41230	0,80203	-16,72502	6,32502
	Single Bond 1 mês	-4,34617	2,14888	0,86001	-14,40417	5,71184
	Single Bond 6 meses	5,48583	1,58634	0,26453	-2,47177	13,44344
	XP Bond 24 horas	-6,49400	1,77391	0,18794	-14,87076	1,88276
	XP Bond 1 mês	-12,48750	1,51474	0,00432	-20,44060	-4,53440
	XP Bond 3 meses	-11,85367	1,59394	0,00465	-19,81817	-3,88917
	XP Bond 6 meses	-11,60500	1,44439	0,00906	-19,69191	-3,51809
	Clearfill SE 24 horas	-7,78700	2,68609	0,45248	-20,94264	5,36864
	Clearfill SE 1 mês	-5,07650	1,83499	0,50289	-13,67185	3,51885
	Clearfill SE3 meses	-11,33767	1,81052	0,00730	-19,84186	-2,83347
	Clearfill SE6 meses	-6,68200	1,49551	0,11056	-14,65582	1,29182
	Adper SE 24 horas	4,39017	3,00692	0,98345	-10,74206	19,52240
	Adper SE 1 mês	2,77233	2,40276	0,99879	-8,69737	14,24203
	Adper SE 3 meses	-2,63750	1,92072	0,99309	-11,58464	6,30964
	Adper SE 6 meses	-0,25433	1,66892	1,00000	-8,33903	7,83037
	One Up 24 horas	-1,72817	2,49346	1,00000	-13,72847	10,27214
	One Up 1 mês	0,36250	2,02101	1,00000	-9,04728	9,77228
Single Bond 6 meses	Scotchbond 24 horas	-0,39733	2,16772	1,00000	-12,00508	11,21042
	Scotchbond 1 mês	-5,50967	1,27821	0,08755	-11,60457	0,58524
	Scotchbond 3 meses	-5,25200	1,27087	0,10836	-11,30464	0,80064
	Scotchbond 6 meses	-5,00283	1,15978	0,08071	-10,43787	0,43221
	Single Bond 24 horas	-10,68583	2,10282	0,06234	-21,88563	0,51396
	Single Bond 1 mês	-9,83200	1,79454	0,03679	-19,09200	-0,57200
	Single Bond 3 meses	-5,48583	1,58634	0,26453	-13,44344	2,47177
	XP Bond 24 horas	-11,97983	1,32266	0,00062	-18,33387	-5,62580
	XP Bond 1 mês	-17,97333	0,94715	0,00000	-22,44799	-13,49868
	XP Bond 3 meses	-17,33950	1,06925	0,00000	-22,31632	-12,36268
	XP Bond 6 meses	-17,09083	0,83002	0,00001	-21,33714	-12,84452
	Clearfill SE 24 horas	-13,27283	2,41200	0,04773	-26,41216	-0,13351
	Clearfill SE 1 mês	-10,56233	1,40351	0,00310	-17,39833	-3,72634
	Clearfill SE3 meses	-16,82350	1,37137	0,00007	-23,46650	-10,18050
	Clearfill SE6 meses	-12,16783	0,91609	0,00002	-16,54886	-7,78681
	Adper SE 24 horas	-1,09567	2,76482	1,00000	-16,43350	14,24217
	Adper SE 1 mês	-2,71350	2,09187	0,99298	-13,84439	8,41739
	Adper SE 3 meses	-8,12333	1,51388	0,03234	-15,63265	-0,61402

	Adper SE 6 meses	-5,74017	1,17811	0,04001	-11,27371	-0,20662
	One Up 24 horas	-7,21400	2,19545	0,33817	-18,99598	4,56798
	One Up 1 mês	-5,12333	1,63926	0,37241	-13,41041	3,16374
XP Bond 24 horas	Scotchbond 24 horas	11,58250	2,30853	0,04982	0,00777	23,15723
	Scotchbond 1 mês	6,47017	1,50470	0,07977	-0,53714	13,47747
	Scotchbond 3 meses	6,72783	1,49847	0,06231	-0,25214	13,70781
	Scotchbond 6 meses	6,97700	1,40548	0,03588	0,36841	13,58559
	Single Bond 24 horas	1,29400	2,24770	1,00000	-9,90384	12,49184
	Single Bond 1 mês	2,14783	1,96231	0,99931	-7,31609	11,61176
	Single Bond 3 meses	6,49400	1,77391	0,18794	-1,88276	14,87076
	Single Bond 6 meses	11,97983	1,32266	0,00062	5,62580	18,33387
	XP Bond 1 mês	-5,99350	1,23588	0,05986	-12,19767	0,21067
	XP Bond 3 meses	-5,35967	1,33176	0,12597	-11,73719	1,01786
	XP Bond 6 meses	-5,11100	1,14858	0,11920	-11,35884	1,13684
	Clearfill SE 24 horas	-1,29300	2,53930	1,00000	-14,30927	11,72327
	Clearfill SE 1 mês	1,41750	1,61250	0,99997	-6,10027	8,93527
	Clearfill SE3 meses	-4,84367	1,58460	0,37165	-12,22332	2,53599
	Clearfill SE6 meses	-0,18800	1,21223	1,00000	-6,38032	6,00432
	Adper SE 24 horas	10,88417	2,87655	0,20654	-4,25310	26,02143
	Adper SE 1 mês	9,26633	2,23745	0,12460	-1,86820	20,40087
	Adper SE 3 meses	3,85650	1,70943	0,75788	-4,16660	11,87960
	Adper SE 6 meses	6,23967	1,42065	0,07331	-0,42420	12,90354
	One Up 24 horas	4,76583	2,33459	0,84301	-6,97088	16,50255
	One Up 1 mês	6,85650	1,82139	0,16789	-1,78759	15,50059
XP Bond 1 mês	Scotchbond 24 horas	17,57600	2,11588	0,00698	5,85899	29,29301
	Scotchbond 1 mês	12,46367	1,18818	0,00041	6,55497	18,37236
	Scotchbond 3 meses	12,72133	1,18029	0,00032	6,86133	18,58134
	Scotchbond 6 meses	12,97050	1,05974	0,00007	7,84313	18,09787
	Single Bond 24 horas	7,28750	2,04935	0,27382	-4,01574	18,59074
	Single Bond 1 mês	8,14133	1,73157	0,09166	-1,17533	17,45800
	Single Bond 3 meses	12,48750	1,51474	0,00432	4,53440	20,44060
	Single Bond 6 meses	17,97333	0,94715	0,00000	13,49868	22,44799
	XP Bond 24 horas	5,99350	1,23588	0,05986	-0,21067	12,19767
	XP Bond 3 meses	0,63383	0,95982	1,00000	-3,91194	5,17961
	XP Bond 6 meses	0,88250	0,68329	0,99531	-2,45550	4,22050

	Clearfill SE 24 horas	4,70050	2,36552	0,85126	-8,56234	17,96334
	Clearfill SE 1 mês	7,41100	1,32205	0,03032	0,66901	14,15299
	Clearfill SE3 meses	1,14983	1,28788	0,99993	-5,37840	7,67807
	Clearfill SE6 meses	5,80550	0,78561	0,00184	2,14141	9,46959
	Adper SE 24 horas	16,87767	2,72437	0,03411	1,40885	32,34648
	Adper SE 1 mês	15,25983	2,03810	0,01143	4,02658	26,49309
	Adper SE 3 meses	9,85000	1,43868	0,01141	2,37559	17,32441
	Adper SE 6 meses	12,23317	1,07977	0,00014	6,98580	17,48053
	One Up 24 horas	10,75933	2,14429	0,07726	-1,13409	22,65276
	One Up 1 mês	12,85000	1,57007	0,00485	4,54861	21,15139
XP Bond 3 meses	Scotchbond 24 horas	16,94217	2,17328	0,00701	5,34251	28,54182
	Scotchbond 1 mês	11,82983	1,28762	0,00045	5,70754	17,95213
	Scotchbond 3 meses	12,08750	1,28034	0,00035	6,00679	18,16821
	Scotchbond 6 meses	12,33667	1,17014	0,00010	6,86176	17,81158
	Single Bond 24 horas	6,65367	2,10856	0,37654	-4,53891	17,84624
	Single Bond 1 mês	7,50750	1,80126	0,13338	-1,75173	16,76673
	Single Bond 3 meses	11,85367	1,59394	0,00465	3,88917	19,81817
	Single Bond 6 meses	17,33950	1,06925	0,00000	12,36268	22,31632
	XP Bond 24 horas	5,35967	1,33176	0,12597	-1,01786	11,73719
	XP Bond 1 mês	-0,63383	0,95982	1,00000	-5,17961	3,91194
	XP Bond 6 meses	0,24867	0,84445	1,00000	-4,08816	4,58549
	Clearfill SE 24 horas	4,06667	2,41700	0,94305	-9,06222	17,19556
	Clearfill SE 1 mês	6,77717	1,41209	0,05322	-0,07615	13,63048
	Clearfill SE3 meses	0,51600	1,38015	1,00000	-6,14664	7,17864
	Clearfill SE6 meses	5,17167	0,92918	0,02026	0,71416	9,62917
	Adper SE 24 horas	16,24383	2,76919	0,03839	0,91807	31,56960
	Adper SE 1 mês	14,62600	2,09763	0,01224	3,50217	25,74983
	Adper SE 3 meses	9,21617	1,52184	0,01532	1,69633	16,73600
	Adper SE 6 meses	11,59933	1,18832	0,00020	6,02807	17,17060
	One Up 24 horas	10,12550	2,20095	0,09869	-1,64805	21,89905
	One Up 1 mês	12,21617	1,64661	0,00517	3,92449	20,50784
XP Bond 6 meses	Scotchbond 24 horas	16,69350	2,06611	0,01088	4,80501	28,58199
	Scotchbond 1 mês	11,58117	1,09709	0,00144	5,65587	17,50647
	Scotchbond 3 meses	11,83883	1,08853	0,00119	5,96719	17,71048
	Scotchbond 6 meses	12,08800	0,95649	0,00034	7,04639	17,12961

	Single Bond 24 horas	6,40500	1,99791	0,38196	-5,06959	17,87959
	Single Bond 1 mês	7,25883	1,67038	0,14517	-2,21820	16,73586
	Single Bond 3 meses	11,60500	1,44439	0,00906	3,51809	19,69191
	Single Bond 6 meses	17,09083	0,83002	0,00001	12,84452	21,33714
	XP Bond 24 horas	5,11100	1,14858	0,11920	-1,13684	11,35884
	XP Bond 1 mês	-0,88250	0,68329	0,99531	-4,22050	2,45550
	XP Bond 3 meses	-0,24867	0,84445	1,00000	-4,58549	4,08816
	Clearfill SE 24 horas	3,81800	2,32110	0,94554	-9,61341	17,24941
	Clearfill SE 1 mês	6,52850	1,24082	0,06093	-0,29543	13,35243
	Clearfill SE3 meses	0,26733	1,20435	1,00000	-6,32910	6,86377
	Clearfill SE6 meses	4,92300	0,63954	0,00220	1,84678	7,99922
	Adper SE 24 horas	15,99517	2,68590	0,04539	0,36670	31,62364
	Adper SE 1 mês	14,37733	1,98638	0,01791	2,97280	25,78186
	Adper SE 3 meses	8,96750	1,36442	0,02320	1,37544	16,55956
	Adper SE 6 meses	11,35067	0,97864	0,00062	6,16963	16,53170
	One Up 24 horas	9,87683	2,09519	0,11136	-2,18798	21,94165
	One Up 1 mês	11,96750	1,50231	0,00976	3,52317	20,41183
Clearfill SE 24 horas	Scotchbond 24 horas	12,87550	3,06555	0,09201	-1,44119	27,19219
	Scotchbond 1 mês	7,76317	2,51643	0,39378	-5,25561	20,78194
	Scotchbond 3 meses	8,02083	2,51271	0,35703	-4,99907	21,04074
	Scotchbond 6 meses	8,27000	2,45839	0,31184	-4,79171	21,33171
	Single Bond 24 horas	2,58700	3,02001	0,99998	-11,54902	16,72302
	Single Bond 1 mês	3,44083	2,81406	0,99766	-10,00487	16,88654
	Single Bond 3 meses	7,78700	2,68609	0,45248	-5,36864	20,94264
	Single Bond 6 meses	13,27283	2,41200	0,04773	0,13351	26,41216
	XP Bond 24 horas	1,29300	2,53930	1,00000	-11,72327	14,30927
	XP Bond 1 mês	-4,70050	2,36552	0,85126	-17,96334	8,56234
	XP Bond 3 meses	-4,06667	2,41700	0,94305	-17,19556	9,06222
	XP Bond 6 meses	-3,81800	2,32110	0,94554	-17,24941	9,61341
	Clearfill SE 1 mês	2,71050	2,58233	0,99944	-10,32052	15,74152
	Clearfill SE3 meses	-3,55067	2,56501	0,98930	-16,57283	9,47150
	Clearfill SE6 meses	1,10500	2,35326	1,00000	-12,19909	14,40909
	Adper SE 24 horas	12,17717	3,51324	0,23311	-4,26141	28,61574
	Adper SE 1 mês	10,55933	3,01239	0,22270	-3,54732	24,66599
	Adper SE 3 meses	5,14950	2,64394	0,87933	-7,94176	18,24076

	Adper SE 6 meses	7,53267	2,46709	0,41129	-5,51899	20,58433
	One Up 24 horas	6,05883	3,08522	0,88218	-8,33849	20,45616
	One Up 1 mês	8,14950	2,71767	0,40901	-5,06532	21,36432
Clearfill SE 1 mês	Scotchbond 24 horas	10,16500	2,35578	0,09996	-1,46403	21,79403
	Scotchbond 1 mês	5,05267	1,57624	0,31600	-2,31609	12,42142
	Scotchbond 3 meses	5,31033	1,57029	0,25768	-2,03497	12,65563
	Scotchbond 6 meses	5,55950	1,48182	0,17059	-1,47486	12,59386
	Single Bond 24 horas	-0,12350	2,29621	1,00000	-11,38850	11,14150
	Single Bond 1 mês	0,73033	2,01769	1,00000	-8,87923	10,33990
	Single Bond 3 meses	5,07650	1,83499	0,50289	-3,51885	13,67185
	Single Bond 6 meses	10,56233	1,40351	0,00310	3,72634	17,39833
	XP Bond 24 horas	-1,41750	1,61250	0,99997	-8,93527	6,10027
	XP Bond 1 mês	-7,41100	1,32205	0,03032	-14,15299	-0,66901
	XP Bond 3 meses	-6,77717	1,41209	0,05322	-13,63048	0,07615
	XP Bond 6 meses	-6,52850	1,24082	0,06093	-13,35243	0,29543
	Clearfill SE 24 horas	-2,71050	2,58233	0,99944	-15,74152	10,32052
	Clearfill SE3 meses	-6,26117	1,65269	0,15437	-13,95476	1,43242
	Clearfill SE6 meses	-1,60550	1,29997	0,99606	-8,34882	5,13782
	Adper SE 24 horas	9,46667	2,91461	0,33899	-5,64705	24,58039
	Adper SE 1 mês	7,84883	2,28618	0,26223	-3,35515	19,05281
	Adper SE 3 meses	2,43900	1,77272	0,99290	-5,83250	10,71050
	Adper SE 6 meses	4,82217	1,49621	0,31460	-2,25733	11,90167
	One Up 24 horas	3,34833	2,38133	0,98878	-8,43751	15,13418
	One Up 1 mês	5,43900	1,88092	0,44539	-3,40340	14,28140
Clearfill SE3 meses	Scotchbond 24 horas	16,42617	2,33678	0,00625	4,82224	28,03010
	Scotchbond 1 mês	11,31383	1,54769	0,00202	4,09213	18,53554
	Scotchbond 3 meses	11,57150	1,54164	0,00165	4,37475	18,76825
	Scotchbond 6 meses	11,82067	1,45142	0,00107	4,95804	18,68329
	Single Bond 24 horas	6,13767	2,27671	0,54482	-5,09698	17,37232
	Single Bond 1 mês	6,99150	1,99547	0,23269	-2,55599	16,53899
	Single Bond 3 meses	11,33767	1,81052	0,00730	2,83347	19,84186
	Single Bond 6 meses	16,82350	1,37137	0,00007	10,18050	23,46650
	XP Bond 24 horas	4,84367	1,58460	0,37165	-2,53599	12,22332
	XP Bond 1 mês	-1,14983	1,28788	0,99993	-7,67807	5,37840
	XP Bond 3 meses	-0,51600	1,38015	1,00000	-7,17864	6,14664

	XP Bond 6 meses	-0,26733	1,20435	1,00000	-6,86377	6,32910
	Clearfill SE 24 horas	3,55067	2,56501	0,98930	-9,47150	16,57283
	Clearfill SE 1 mês	6,26117	1,65269	0,15437	-1,43242	13,95476
	Clearfill SE6 meses	4,65567	1,26521	0,22067	-1,86909	11,18042
	Adper SE 24 horas	15,72783	2,89927	0,04108	0,60703	30,84864
	Adper SE 1 mês	14,11000	2,26659	0,01263	2,93730	25,28270
	Adper SE 3 meses	8,70017	1,74739	0,03379	0,53161	16,86873
	Adper SE 6 meses	11,08333	1,46611	0,00184	4,17170	17,99497
	One Up 24 horas	9,60950	2,36253	0,13537	-2,15336	21,37236
	One Up 1 mês	11,70017	1,85706	0,00734	2,94088	20,45945
Clearfill SE6 meses	Scotchbond 24 horas	11,77050	2,10216	0,04975	0,01332	23,52768
	Scotchbond 1 mês	6,65817	1,16357	0,02570	0,77027	12,54606
	Scotchbond 3 meses	6,91583	1,15551	0,01967	1,07825	12,75342
	Scotchbond 6 meses	7,16500	1,03207	0,00607	2,09039	12,23961
	Single Bond 24 horas	1,48200	2,03518	0,99999	-9,86074	12,82474
	Single Bond 1 mês	2,33583	1,71477	0,98820	-7,01316	11,68482
	Single Bond 3 meses	6,68200	1,49551	0,11056	-1,29182	14,65582
	Single Bond 6 meses	12,16783	0,91609	0,00002	7,78681	16,54886
	XP Bond 24 horas	0,18800	1,21223	1,00000	-6,00432	6,38032
	XP Bond 1 mês	-5,80550	0,78561	0,00184	-9,46959	-2,14141
	XP Bond 3 meses	-5,17167	0,92918	0,02026	-9,62917	-0,71416
	XP Bond 6 meses	-4,92300	0,63954	0,00220	-7,99922	-1,84678
	Clearfill SE 24 horas	-1,10500	2,35326	1,00000	-14,40909	12,19909
	Clearfill SE 1 mês	1,60550	1,29997	0,99606	-5,13782	8,34882
	Clearfill SE3 meses	-4,65567	1,26521	0,22067	-11,18042	1,86909
	Adper SE 24 horas	11,07217	2,71373	0,18410	-4,43720	26,58153
	Adper SE 1 mês	9,45433	2,02385	0,10501	-1,81828	20,72695
	Adper SE 3 meses	4,04450	1,41842	0,48831	-3,44432	11,53332
	Adper SE 6 meses	6,42767	1,05263	0,01454	1,22719	11,62814
	One Up 24 horas	4,95383	2,13075	0,71725	-6,97999	16,88765
	One Up 1 mês	7,04450	1,55153	0,10541	-1,28136	15,37036
Adper SE 24 horas	Scotchbond 24 horas	0,69833	3,35024	1,00000	-15,15870	16,55536
	Scotchbond 1 mês	-4,41400	2,85638	0,96986	-19,57217	10,74417
	Scotchbond 3 meses	-4,15633	2,85311	0,98087	-19,31848	11,00581
	Scotchbond 6 meses	-3,90717	2,80539	0,98591	-19,14704	11,33271

	Single Bond 24 horas	-9,59017	3,30862	0,44523	-25,31839	6,13806
	Single Bond 1 mês	-8,73633	3,12178	0,49646	-24,01365	6,54099
	Single Bond 3 meses	-4,39017	3,00692	0,98345	-19,52240	10,74206
	Single Bond 6 meses	1,09567	2,76482	1,00000	-14,24217	16,43350
	XP Bond 24 horas	-10,88417	2,87655	0,20654	-26,02143	4,25310
	XP Bond 1 mês	-16,87767	2,72437	0,03411	-32,34648	-1,40885
	XP Bond 3 meses	-16,24383	2,76919	0,03839	-31,56960	-0,91807
	XP Bond 6 meses	-15,99517	2,68590	0,04539	-31,62364	-0,36670
	Clearfill SE 24 horas	-12,17717	3,51324	0,23311	-28,61574	4,26141
	Clearfill SE 1 mês	-9,46667	2,91461	0,33899	-24,58039	5,64705
	Clearfill SE3 meses	-15,72783	2,89927	0,04108	-30,84864	-0,60703
	Clearfill SE6 meses	-11,07217	2,71373	0,18410	-26,58153	4,43720
	Adper SE 1 mês	-1,61783	3,30167	1,00000	-17,32543	14,08976
	Adper SE 3 meses	-7,02767	2,96934	0,70100	-22,14045	8,08512
	Adper SE 6 meses	-4,64450	2,81302	0,94997	-19,86935	10,58035
	One Up 24 horas	-6,11833	3,36825	0,92633	-22,03382	9,79715
	One Up 1 mês	-4,02767	3,03517	0,99323	-19,18424	11,12891
Adper SE 1 mês	Scotchbond 24 horas	2,31617	2,82060	0,99999	-10,81616	15,44849
	Scotchbond 1 mês	-2,79617	2,21147	0,99568	-13,90580	8,31346
	Scotchbond 3 meses	-2,53850	2,20723	0,99841	-13,64495	8,56795
	Scotchbond 6 meses	-2,28933	2,14519	0,99921	-13,38012	8,80145
	Single Bond 24 horas	-7,97233	2,77103	0,44941	-20,86879	4,92412
	Single Bond 1 mês	-7,11850	2,54502	0,48858	-19,05575	4,81875
	Single Bond 3 meses	-2,77233	2,40276	0,99879	-14,24203	8,69737
	Single Bond 6 meses	2,71350	2,09187	0,99298	-8,41739	13,84439
	XP Bond 24 horas	-9,26633	2,23745	0,12460	-20,40087	1,86820
	XP Bond 1 mês	-15,25983	2,03810	0,01143	-26,49309	-4,02658
	XP Bond 3 meses	-14,62600	2,09763	0,01224	-25,74983	-3,50217
	XP Bond 6 meses	-14,37733	1,98638	0,01791	-25,78186	-2,97280
	Clearfill SE 24 horas	-10,55933	3,01239	0,22270	-24,66599	3,54732
	Clearfill SE 1 mês	-7,84883	2,28618	0,26223	-19,05281	3,35515
	Clearfill SE3 meses	-14,11000	2,26659	0,01263	-25,28270	-2,93730
	Clearfill SE6 meses	-9,45433	2,02385	0,10501	-20,72695	1,81828
	Adper SE 24 horas	1,61783	3,30167	1,00000	-14,08976	17,32543
	Adper SE 3 meses	-5,40983	2,35555	0,73643	-16,75690	5,93724

	Adper SE 6 meses	-3,02667	2,15516	0,98726	-14,11579	8,06245
	One Up 24 horas	-4,50050	2,84197	0,97455	-17,73678	8,73578
	One Up 1 mês	-2,40983	2,43802	0,99983	-13,98269	9,16303
Adper SE 3 meses	Scotchbond 24 horas	7,72600	2,42316	0,33600	-4,02360	19,47560
	Scotchbond 1 mês	2,61367	1,67527	0,97657	-5,28868	10,51601
	Scotchbond 3 meses	2,87133	1,66968	0,94973	-5,01225	10,75492
	Scotchbond 6 meses	3,12050	1,58675	0,87647	-4,52375	10,76475
	Single Bond 24 horas	-2,56250	2,36528	0,99939	-13,96722	8,84222
	Single Bond 1 mês	-1,70867	2,09597	0,99999	-11,57061	8,15328
	Single Bond 3 meses	2,63750	1,92072	0,99309	-6,30964	11,58464
	Single Bond 6 meses	8,12333	1,51388	0,03234	0,61402	15,63265
	XP Bond 24 horas	-3,85650	1,70943	0,75788	-11,87960	4,16660
	XP Bond 1 mês	-9,85000	1,43868	0,01141	-17,32441	-2,37559
	XP Bond 3 meses	-9,21617	1,52184	0,01532	-16,73600	-1,69633
	XP Bond 6 meses	-8,96750	1,36442	0,02320	-16,55956	-1,37544
	Clearfill SE 24 horas	-5,14950	2,64394	0,87933	-18,24076	7,94176
	Clearfill SE 1 mês	-2,43900	1,77272	0,99290	-10,71050	5,83250
	Clearfill SE3 meses	-8,70017	1,74739	0,03379	-16,86873	-0,53161
	Clearfill SE6 meses	-4,04450	1,41842	0,48831	-11,53332	3,44432
	Adper SE 24 horas	7,02767	2,96934	0,70100	-8,08512	22,14045
	Adper SE 1 mês	5,40983	2,35555	0,73643	-5,93724	16,75690
	Adper SE 6 meses	2,38317	1,60020	0,98331	-5,29444	10,06077
	One Up 24 horas	0,90933	2,44800	1,00000	-10,98933	12,80800
	One Up 1 mês	3,00000	1,96465	0,98122	-6,16701	12,16701
Adper SE 6 meses	Scotchbond 24 horas	5,34283	2,22886	0,68674	-6,20947	16,89514
	Scotchbond 1 mês	0,23050	1,37936	1,00000	-6,21534	6,67634
	Scotchbond 3 meses	0,48817	1,37256	1,00000	-5,92253	6,89886
	Scotchbond 6 meses	0,73733	1,27039	1,00000	-5,17606	6,65073
	Single Bond 24 horas	-4,94567	2,16580	0,73844	-16,10159	6,21025
	Single Bond 1 mês	-4,09183	1,86793	0,78232	-13,38872	5,20506
	Single Bond 3 meses	0,25433	1,66892	1,00000	-7,83037	8,33903
	Single Bond 6 meses	5,74017	1,17811	0,04001	0,20662	11,27371
	XP Bond 24 horas	-6,23967	1,42065	0,07331	-12,90354	0,42420
	XP Bond 1 mês	-12,23317	1,07977	0,00014	-17,48053	-6,98580
	XP Bond 3 meses	-11,59933	1,18832	0,00020	-17,17060	-6,02807

	XP Bond 6 meses	-11,35067	0,97864	0,00062	-16,53170	-6,16963
	Clearfill SE 24 horas	-7,53267	2,46709	0,41129	-20,58433	5,51899
	Clearfill SE 1 mês	-4,82217	1,49621	0,31460	-11,90167	2,25733
	Clearfill SE3 meses	-11,08333	1,46611	0,00184	-17,99497	-4,17170
	Clearfill SE6 meses	-6,42767	1,05263	0,01454	-11,62814	-1,22719
	Adper SE 24 horas	4,64450	2,81302	0,94997	-10,58035	19,86935
	Adper SE 1 mês	3,02667	2,15516	0,98726	-8,06245	14,11579
	Adper SE 3 meses	-2,38317	1,60020	0,98331	-10,06077	5,29444
	One Up 24 horas	-1,47383	2,25584	1,00000	-13,19587	10,24820
	One Up 1 mês	0,61683	1,71929	1,00000	-7,77078	9,00445
One Up 24 horas	Scotchbond 24 horas	6,81667	2,89825	0,71147	-6,67245	20,30578
	Scotchbond 1 mês	1,70433	2,30969	1,00000	-10,01779	13,42646
	Scotchbond 3 meses	1,96200	2,30564	0,99996	-9,75857	13,68257
	Scotchbond 6 meses	2,21117	2,24632	0,99968	-9,51579	13,93812
	Single Bond 24 horas	-3,47183	2,85004	0,99807	-16,74370	9,80003
	Single Bond 1 mês	-2,61800	2,63083	0,99983	-15,02307	9,78707
	Single Bond 3 meses	1,72817	2,49346	1,00000	-10,27214	13,72847
	Single Bond 6 meses	7,21400	2,19545	0,33817	-4,56798	18,99598
	XP Bond 24 horas	-4,76583	2,33459	0,84301	-16,50255	6,97088
	XP Bond 1 mês	-10,75933	2,14429	0,07726	-22,65276	1,13409
	XP Bond 3 meses	-10,12550	2,20095	0,09869	-21,89905	1,64805
	XP Bond 6 meses	-9,87683	2,09519	0,11136	-21,94165	2,18798
	Clearfill SE 24 horas	-6,05883	3,08522	0,88218	-20,45616	8,33849
	Clearfill SE 1 mês	-3,34833	2,38133	0,98878	-15,13418	8,43751
	Clearfill SE3 meses	-9,60950	2,36253	0,13537	-21,37236	2,15336
	Clearfill SE6 meses	-4,95383	2,13075	0,71725	-16,88765	6,97999
	Adper SE 24 horas	6,11833	3,36825	0,92633	-9,79715	22,03382
	Adper SE 1 mês	4,50050	2,84197	0,97455	-8,73578	17,73678
	Adper SE 3 meses	-0,90933	2,44800	1,00000	-12,80800	10,98933
	Adper SE 6 meses	1,47383	2,25584	1,00000	-10,24820	13,19587
	One Up 1 mês	2,09067	2,52746	0,99999	-9,99709	14,17842
One Up 1 mês	Scotchbond 24 horas	4,72600	2,50340	0,90414	-7,22216	16,67416
	Scotchbond 1 mês	-0,38633	1,78937	1,00000	-8,93734	8,16468
	Scotchbond 3 meses	-0,12867	1,78413	1,00000	-8,66548	8,40814
	Scotchbond 6 meses	0,12050	1,70678	1,00000	-8,24466	8,48566

Single Bond 24 horas	-5,56250	2,44742	0,74882	-17,18895	6,06395
Single Bond 1 mês	-4,70867	2,18824	0,80660	-14,92371	5,50638
Single Bond 3 meses	-0,36250	2,02101	1,00000	-9,77228	9,04728
Single Bond 6 meses	5,12333	1,63926	0,37241	-3,16374	13,41041
XP Bond 24 horas	-6,85650	1,82139	0,16789	-15,50059	1,78759
XP Bond 1 mês	-12,85000	1,57007	0,00485	-21,15139	-4,54861
XP Bond 3 meses	-12,21617	1,64661	0,00517	-20,50784	-3,92449
XP Bond 6 meses	-11,96750	1,50231	0,00976	-20,41183	-3,52317
Clearfill SE 24 horas	-8,14950	2,71767	0,40901	-21,36432	5,06532
Clearfill SE 1 mês	-5,43900	1,88092	0,44539	-14,28140	3,40340
Clearfill SE 3 meses	-11,70017	1,85706	0,00734	-20,45945	-2,94088
Clearfill SE 6 meses	-7,04450	1,55153	0,10541	-15,37036	1,28136
Adper SE 24 horas	4,02767	3,03517	0,99323	-11,12891	19,18424
Adper SE 1 mês	2,40983	2,43802	0,99983	-9,16303	13,98269
Adper SE 3 meses	-3,00000	1,96465	0,98122	-12,16701	6,16701
Adper SE 6 meses	-0,61683	1,71929	1,00000	-9,00445	7,77078
One Up 24 horas	-2,09067	2,52746	0,99999	-14,17842	9,99709