

## Resistência da união de restaurações confeccionadas com sistemas adesivos universais em dentes acometidos por erosão ácida

## Bond strength of restorations made using universal adhesive systems in teeth subjected to acid erosion

*Cristiane Giacomini(1), Rosangela Maurina(2), Fernanda Tomazoni(3), Mariá Cortina Bellan(4),  
Rodrigo Alessandretti(5), Daniel Galafassi(6)*

1 Departamento de Odontologia Operatória, Centro Universitário da Serra Gaúcha (FSG), Caxias do Sul - RS, Brasil.

E-mail: giacomini.cris@hotmail.com | ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-7066-234X>

2 Departamento de Odontologia Operatória, Centro Universitário da Serra Gaúcha (FSG), Caxias do Sul - RS, Brasil.

E-mail: romaurina@hotmail.com | ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3161-3438>

3 Departamento de Odontopediatria, Centro Universitário da Serra Gaúcha (FSG), Caxias do Sul - RS, Brasil.

E-mail: fei\_tomazoni@hotmail.com | ORCID: <https://orcid.org/0000-0001-6291-552X>

4 Departamento de Odontologia Protética, Centro Universitário da Serra Gaúcha (FSG), Caxias do Sul - RS, Brasil.

E-mail: maria.bellan@fsg.edu.br | ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-7074-3518>

5 Departamento de Prótese e Materiais Dentários da Faculdade Meridional (IMED), Passo Fundo - RS, Brasil.

E-mail: rodrigo.alessandretti@imed.edu.br | ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-3997-9370>

6 Departamento de Odontologia Operatória, Centro Universitário da Serra Gaúcha (FSG), Caxias do Sul - RS, Brasil.

E-mail: danielgalafassi@gmail.com | ORCID: <https://orcid.org/0000-0002-6738-4008>

**Journal of Oral Investigations**, Passo Fundo, vol. 8, n. 1, p. 7-17, Janeiro-Junho, 2019 - ISSN 2238-510X

[Recebido: Novembro 19, 2018; Aceito: Março 15, 2019]

DOI: <https://doi.org/10.18256/2238-510X.2019.v8i1.3067>

### Endereço correspondente / Correspondence address

Daniel Galafassi

Rua Os Dezoito do Forte, 2366, Caxias do Sul, RS, Brasil

CEP: 95020-472

Sistema de Avaliação: *Double Blind Review*

Editor-chefe: Aloísio Oro Spazzin

Como citar este artigo / How to cite item: [clique aqui/click here!](#)

## Resumo

**Objetivos:** Avaliar a resistência adesiva de diferentes sistemas adesivos universais em esmalte e dentina erodidos. **Métodos:** As unidades experimentais foram compostas por 30 fragmentos de esmalte bovino e 30 fragmentos de dentina bovina divididos aleatoriamente em três grupos experimentais de acordo com os sistemas adesivos universais utilizados ( $n = 10$ ): Single Bond Universal (3M ESPE), Peak Universal (Ultradent) e Ambar Universal (FGM). Previamente as restaurações, os fragmentos de esmalte e dentina foram submetidos à desafio erosivo em ácido cítrico a 0,3% ( $\text{pH} = 2,6$ ) durante cinco minutos, quatro vezes por dia por cinco dias. Um cilindro de resina composta (Forma, Ultradent) com 2mm de diâmetro foi construído em cima de cada fragmento. A resistência ao cisalhamento foi avaliada em máquina de ensaio universal (1mm/min). Os valores obtidos de resistência da união (MPa) foram analisados por ANOVA dois fatores e teste de Bonferroni ( $\alpha=0,05$ ). **Resultados:** Não houve diferença significativa entre os sistemas adesivos testados no mesmo substrato. O esmalte apresentou maiores valores de resistência da união que a dentina. Houve predomínio da falha coesiva em resina no esmalte e falha adesiva na dentina. **Conclusão:** Os sistemas adesivos universais testados apresentaram resistência adesiva semelhantes entre si dentro do mesmo substrato erodido.

**Palavras-chave:** Esmalte Dentário; Dentina; Erosão Dentária; Adesivos.

## Abstract

**Objectives:** To evaluate the strength of different universal adhesive systems in enamel and eroded dentine. **Materials and Methods:** The experimental units were composed of 30 bovine enamel fragments and 30 bovine dentin fragments randomly divided into three experimental groups of enamel and three groups of dentin. The enamel and dentin samples were submitted to erosive challenge and procedures adhesion with adhesive systems divided into three levels according with universal adhesive systems used ( $n = 10$ ): Single Bond Universal (3M ESPE), Peak Universal (Ultradent) and Ambar Universal (FGM). Previous the restorations, the enamel and dentin fragments were submitted to erosive challenge in 0.3% citric acid ( $\text{pH} = 2.6$ ) for five minutes, four times per day in five days. A composite resin (Forma, Ultradent) cylinder with 2mm diameter was build-up in each fragment. The shear strength was evaluated in a universal test machine (1mm / min). The obtained values of bond strength (MPa) were analyzed by two-way ANOVA and Bonferroni test ( $\alpha = 0.05$ ). **Results:** There was no significant difference between adhesive systems tested on the same substrate. The enamel presented higher values of bond strength than dentin. There was a predominance of cohesive failure in resin in enamel and adhesive failure in dentin. **Conclusions:** The universal adhesive systems tested showed similar adhesive strength in the same eroded substrate.

**Keywords:** Dental Enamel; Dentin; Tooth Erosion; Adhesives.

## Introdução

A erosão dentária é uma patologia relacionada à diversos fatores extrínsecos ou intrínsecos. Os fatores extrínsecos estão intimamente associados a condições inerentes a profissão ou a uma dieta ácida, já os intrínsecos englobam problemas provocados por distúrbios alimentares ou pela doença do refluxo gastroesofágico (1).

A erosão dentária apresenta alta incidência e prevalência na população, especialmente entre adultos jovens (2), onde a ação química dos ácidos resulta na perda contínua e irreversível do esmalte e dentina (3), interferindo negativamente na saúde dentária a longo prazo (4).

O desgaste erosivo desencadeia primeiramente redução da rigidez estrutural do esmalte, seguido da dissolução das camadas de cristais do mesmo, podendo chegar à dentina pela perda permanente do tecido mineralizado (5). Após a identificação do processo erosivo, o cirurgião-dentista deve intervir para promover a estabilização desse processo, evitando a progressão do desgaste dentário e adotando medidas para controle da hipersensibilidade e recuperação da função e estética dos elementos dentários envolvidos (6).

Uma das opções de tratamento envolve a técnica restauradora direta em ambos os substratos (esmalte e dentina), quando o desgaste da estrutura dentária se apresentar em estágio mais avançado (6). As abordagens e sistemas adesivos dentais recentes visam assegurar uma técnica simples juntamente com uma boa adesão a longo prazo (7).

Na atualidade, os sistemas adesivos de condicionamento total configuram-se pelo emprego prévio e isolado do ácido fosfórico sobre dentina e esmalte (8), já os adesivos autocondicionantes são compostos por monômeros ácidos que apresentam pH e composições variáveis (9), onde a eficácia de condicionamento do *primer* deste sistema está associada com o pH e com a sua constante de dissociação (10).

Há pouco tempo, foram inseridos para venda no mercado os adesivos universais (11), também conhecidos como multimodais, os quais, dependendo do caso clínico, podem ser aplicados com ou sem o condicionamento ácido prévio (12). Diante do exposto, o objetivo no presente estudo foi avaliar a resistência adesiva de diferentes sistemas adesivos universais em esmalte e dentina erodidos.

## Materiais e métodos

### Delineamento experimental

Os fatores em estudo foram os sistemas adesivos em três níveis: Single Bond Universal (3M ESPE), Peak Universal (Ultradent) e Ambar Universal (FGM) (Tabela 1); e os substratos dentários em dois níveis: esmalte e dentina. As unidades experimentais

foram compostas por 30 fragmentos de esmalte bovino e 30 fragmentos de dentina bovina divididos aleatoriamente em três grupos experimentais de acordo com o sistema adesivo utilizado (n = 10 para cada substrato dentário).

**Tabela 1.** Marca comercial, fabricante, composição química e lote dos materiais utilizados

Marca Comercial	Fabricante	Composição	Nº lote
Single Bond Universal	3M ESPE; St Paul, MN, USA	Metacrilato de 2-hidroxietila, Bisfenol A diglicidil éter dimetacrilato (BisGMA), Decametileno dimetacrilato, etanol, Sílica tratada de silano, Água, 1,10-Decanodiol fosfato metacrilato, Copolímero de acrílico e ácido itacônico, Caforquinona, N,N-Dimetilbenzocaína	3480110
Peak Universal	Ultradent, Indaiatuba, SP, Brasil	Bis-GMA, Álcool etílico, Clorexidina 0,2% di(acetato), Metacrílico, Ácido, HEMA, 7,5% carga inorgânica	BF8FY
Ambar Universal	FGM; Joinville, SC, Brasil	MDP (10-Metacriloiloxidecil dihidrogênio fosfato), Monômeros Metacrílicos, Fotoiniciadores, Co-iniciadores, Estabilizante, Nanopartículas de sílica, Etanol e Água.	210817
Condac 37	FGM; Joinville, SC, Brasil	Ácido Fosfórico a 37%, Espessante, Corante e Água Deionizada.	280617
Resina Forma	Ultradent, Indaiatuba, SP, Brasil	Bisfenol-A Diglicidil Dimetacrilato (BisGMA), Trietileno Glicol Dimetracrilato (TEGDMA), Bisfenol-A Diglicidil Dimetacrilato Etoxilado (Bis-EMA) e Uretano Dimetacrilato (UDMA), carga inorgânica a base de zircônia/sílica e vidro de bário.	D05CR

## Preparo das amostras

A superfície vestibular do esmalte foi planejada manualmente utilizando lixas de granulação sequencialmente decrescente (#600, #1200, #2000) e com irrigação abundante para obtenção de superfícies planas de esmalte. Os dentes foram seccionados em um corte transversal no limite da junção esmalte/cimento, de modo a separar coroa e raiz para expor a dentina. As superfícies dentinárias expostas foram polidas manualmente utilizando-se lixas de granulação sequencialmente decrescente (#600, #1200 e #2000).

Após o preparo das amostras de esmalte e dentina, as mesmas foram incluídas em anel de PVC (Tigre S/A, Joinville, SC, Brasil) com 21 mm de diâmetro e 12 mm de altura utilizando-se resina acrílica autopolimerizável (Clássico, São Paulo, SP, Brasil).

As amostras foram armazenadas em saliva artificial por 24 horas a 37°C, sendo posteriormente expostas a um procedimento de ciclagem erosiva pela imersão das mesmas em ácido cítrico a 0,3% (pH = 2,6) durante cinco minutos, quatro vezes por dia por cinco dias consecutivos. Após a ciclagem erosiva, as amostras foram lavadas com água deionizada por 20 segundos e armazenados em saliva artificial por 1 hora a 37°C. A saliva artificial era composta por NaHCO<sub>3</sub> 22,1 mmol / l, KCl 16,1 mmol / l, NaCl 14,5 mmol / l, KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> 2,6 mmol / l, H<sub>3</sub>BO<sub>3</sub> 0,8 mmol / l, CaCl<sub>2</sub> • 2H<sub>2</sub>O 0,7 mmol / l, KSCN 0,4 mmol / l e 0,2 mmol / l de MgCl<sub>2</sub> • 6H<sub>2</sub>O e ajustado para pH 7,0 com solução de HCl (13).

As amostras de esmalte foram submetidas a uma etapa de condicionamento prévio com ácido fosfórico a 37% (Tabela 1) por 30 segundos, seguido de enxágue com água deionizada por 15 segundos e secagem com bolinhas de algodão. Em seguida, foram aplicadas duas camadas de cada sistema adesivo testado em ambos os substratos (esmalte e dentina) com o microaplicador descartável (KG Brush, Cotia, SP, Brasil). A primeira camada foi aplicada friccionando vigorosamente o adesivo durante 20 segundos, seguido de leve jato de ar por 15 segundos para evaporação do solvente. Na sequência foi aplicada a segunda camada de adesivo, procedendo da mesma maneira. A fotoativação do adesivo ocorreu por 20 segundos utilizando um LED (Dabi Atlante) com potência de 600 mW/cm<sup>2</sup>.

Após a aplicação dos sistemas adesivos, a resina composta Forma (Ultradent) (Tabela 1) foi inserida na superfície do esmalte e dentina erodidos formando um cilindro de 2 mm de circunferência e 4 mm de altura com o auxílio de tubos de polietileno. O excesso de compósito foi removido da periferia do tubo com um explorador e a fotoativação foi realizada por um de LED (Dabi Atlante) com potência de 600 mW/cm<sup>2</sup>, durante 20 segundos. Em seguida, as amostras foram armazenadas em água destilada por 24 horas a 37°C.

### **Teste de resistência ao cisalhamento**

Após o armazenamento, todas as amostras foram posicionadas em uma máquina de ensaios universal (Emic, São José dos Pinhais, PR, Brasil). As amostras foram fixadas na garra inferior da máquina, de modo que a base do cilindro colado estivesse paralela à direção da força de cisalhamento. A resistência da união foi realizada a uma velocidade de 1 mm/min para amostras de esmalte e dentina até a ruptura da amostra. A carga máxima necessária para ruptura foi registrada em Newton (N) e calculada em Mega Pascal (MPa) dividindo a força (N) pela área do cilindro.

## Confecção dos corpos de prova para MEV

Para a microscopia eletrônica de varredura, os substratos esmalte e dentina foram erodidos conforme protocolo acima apresentado e restaurados conforme descrito anteriormente. Em seguida, as amostras foram incluídas em resina acrílica e cortadas no sentido longitudinal para a exposição da interface adesiva, que foi lixada com lixas d'água (granulação #600, #1200 e #2000), polida com disco de feltro e pasta para polimento (3µm). Em seguida as amostras foram lavadas e desidratadas com álcool de 30%, 50%, 75% e 90%, por 10 minutos em cada banho, seguido por álcool 95% e 100%, por 30 minutos em cada. Para fixação foi utilizado Glutaraldeído 2,2%, por 30 minutos. Foi realizado o teste de Shapiro-Wilk para avaliar o padrão de normalidade dos resultados. Os valores obtidos de resistência da união (MPa) foram analisados por ANOVA dois fatores e teste de Bonferroni ( $\alpha=0,05$ ).

## Resultados

Os resultados apresentaram uma distribuição normal ( $p = 0,00183$ ). A análise de variância não demonstrou diferença significativa para os diferentes sistemas adesivos no mesmo substrato, porém, quando comparado os sistemas adesivos em substratos diferentes, o esmalte apresentou maiores valores de resistência da união que a dentina (Tabela 2).

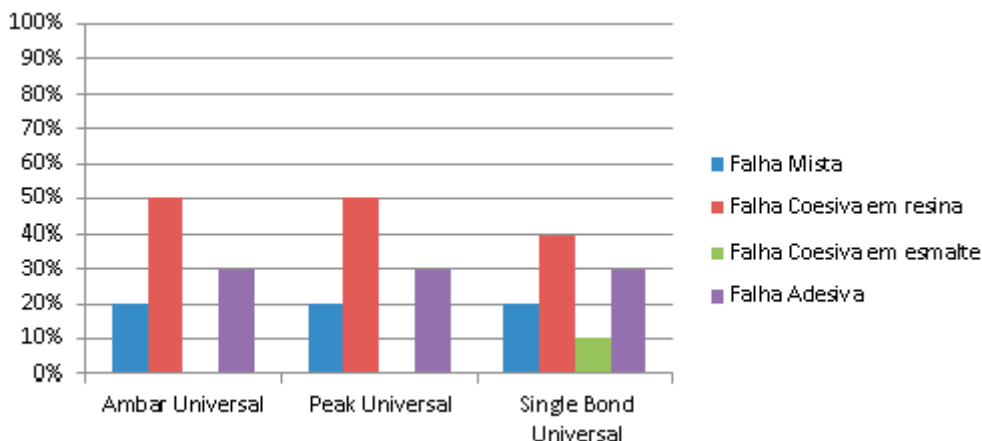
**Tabela 2.** Médias e desvio padrão para os diferentes grupos

	ESMALTE	DENTINA	<i>P Valor</i>
<b>Ambar Universal</b>	51,51 ( $\pm$ 22,27) Aa	9,17 ( $\pm$ 9,25) Ab	$P=0,000$
<b>Peak Universal</b>	56,44 ( $\pm$ 23,16) Aa	23,43 ( $\pm$ 21,09) Ab	$P=0,003$
<b>Single Bond Universal</b>	69,18 ( $\pm$ 21,26) Aa	23,32 ( $\pm$ 11,48) Ab	$P=0,000$
<b><i>P Valor</i></b>	$P=1,000$	$P=1,000$	

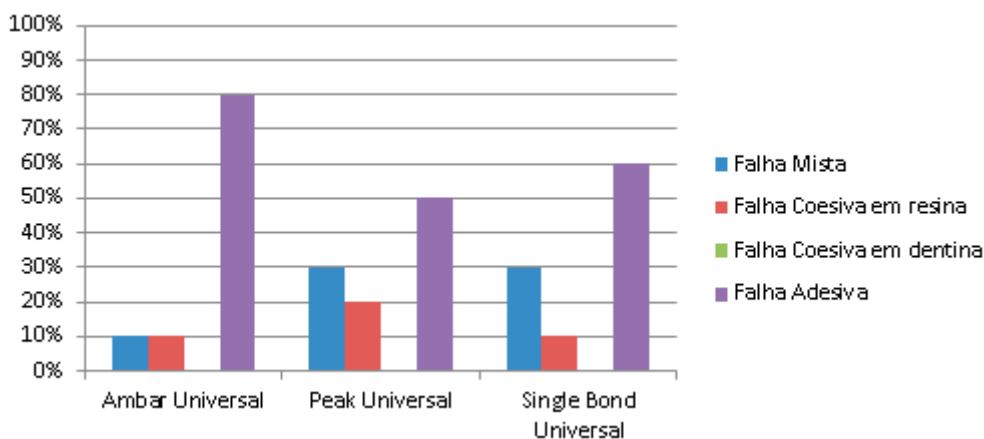
Média seguidas por letras maiúsculas iguais na mesma coluna indicam não haver diferença estatística significativa entre elas ( $p>0,05$ ). Enquanto que, letras minúsculas diferentes na mesma linha representam diferença estatística ( $p<0,05$ ).

No esmalte, o padrão de fratura predominante foi falha coesiva em resina. Falhas adesivas, mistas e coesivas em resina ocorreram nos três grupos de adesivos em esmalte erodido, mas em diferentes porcentagens (Figura 1), já a coesiva em esmalte foi observada em um único grupo, o do Single Bond Universal (Figura 1). Já na dentina houve prevalência de falhas adesivas para todos os sistema adesivos testados (Figura 2).

**Figura 1.** Representação gráfica da predominância, em porcentagem, dos tipos de fratura em cada grupo experimental de esmalte erodido



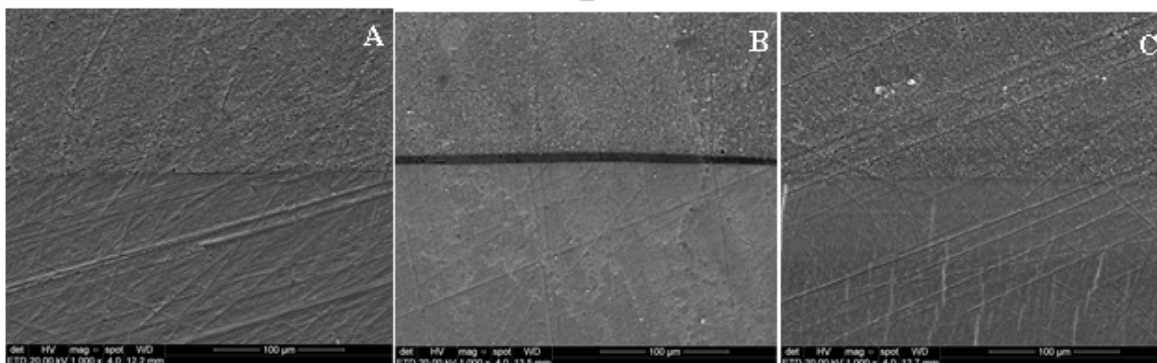
**Figura 2.** Representação gráfica da predominância, em porcentagem, dos tipos de fratura em cada grupo experimental de dentina erodida



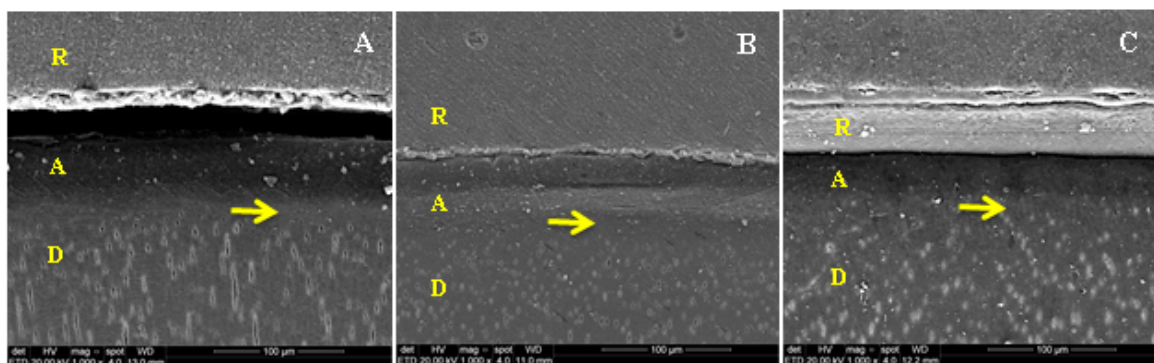
Na análise da interface adesiva em esmalte (MEV) observou-se para os grupos Ambar Universal (A), Peak Universal (B) e Single Bond Universal (C) a formação de uma interface adesiva homogênea para todos os corpos de prova. Ainda, o sistema adesivo Peak Universal apresentou uma interface adesiva mais espessa que as demais (Figura 3). Na dentina, os grupos A e C apresentaram camada de adesivo mais espessa, quando comparado ao grupo B. Todos os grupos apresentaram áreas desmineralizadas abaixo da interface adesiva (Figura 4).



**Figura 3.** Características morfológicas da interface adesiva do esmalte erodido com diferentes sistemas adesivos: Ambar Universal (A). Peak Universal (B) e Single Bond Universal (C)



**Figura 4.** Características morfológicas da interface adesiva da dentina erodida com diferentes sistemas adesivos: Ambar Universal (A). Peak Universal (B) e Single Bond Universal (C). (R = Resina, A = Adesivo, D = Dentina e → = Dentina Desmineralizada).



## Discussão

Os resultados demonstraram que os diferentes sistemas adesivos universais não apresentaram diferenças entre si na adesão dentro de cada substrato testado (esmalte e dentina). Esse resultado pode ser reflexo da erosão dos substratos que torna a superfície mais irregular e porosa, o que desempenha um fator importante no mecanismo de adesão, favorecendo um forte embricamento mecânico (14).

Os resultados da resistência ao cisalhamento estão de acordo com a análise da camada híbrida obtida (MEV), uma vez que foi observada homogeneidade da mesma para todos os grupos testados em cada um dos substratos erodidos (Figuras 3 e 4).

As partículas de carga adicionadas nos adesivos resultam na melhora da resistência adesiva (15), porém, a adição destas aumenta a viscosidade do sistema adesivo podendo interferir na completa impregnação do mesmo nas áreas desmineralizadas (16). Sugere-se que essa diferença na concentração de carga entre os adesivos pode justificar a discrepância de espessura da camada híbrida, uma vez que



o sistema adesivo Peak apresentou uma camada mais espessa no substrato esmalte erodido quando comparado aos outros grupos (Figuras 3 e 4). Contudo esse aumento de espessura não refletiu em diferença nos valores da resistência adesiva.

Outro fator que deve ser destacado é a similaridade do mecanismo de adesão dos adesivos universais pela de monômeros ácidos e sua hidrofília (18), sendo que essa condição pode ser mais um motivo para o similar desempenho desses materiais.

O monômero funcional 10-MDP forma uma interface adesiva estável simultaneamente com um depósito de sais de cálcio (19) que resultam em boa resistência mecânica (19) e preservam a interface adesiva contra a hidrólise (20). É importante ressaltar que a efetividade da adesão está ligada à qualidade (pureza) e quantidade de monômero funcional (22). Poucas são as informações sobre a concentração e a pureza do 10-MDP presente nos adesivos universais usados neste estudo.

Em relação a diferença na resistência da união entre os dois substratos testados, sabe-se que o processo erosivo estabelece na superfície do esmalte um condicionamento semelhante ao ocasionado pelo ácido fosfórico (23) aumentando assim a rugosidade superficial, o embricamento mecânico do adesivo e, conseqüentemente, a resistência da união (24). No entanto, ao contrário do esmalte erodido, o processo erosivo na dentina submetida causa efeitos deletérios nesse substrato (23). A dissolução dos cristais de hidroxiapatita resulta na evidenciação de longas fibrilas colágenas e ampliação do diâmetro dos túbulos dentinários (5) tendo potencial para afetar a permeabilidade dos adesivos e conseqüente composição da camada híbrida (23). Sendo assim, hipotetiza-se que esses fatores sejam os responsáveis pela diferença na resistência da união entre os dois substratos.

Em relação aos padrões de fratura em esmalte erodido, houve predomínio da falha coesiva em resina. A erosão neste substrato resulta em aumento da porosidade em sua superfície (14), elevando a molhabilidade e promovendo um melhor embricamento mecânico das resinas compostas (24).

Já na dentina erodida, a elevada desmineralização resulta em uma camada híbrida mais delgada quando equiparada a dentina sadia. Essas camadas apresentam imperfeições estruturais e porosidades, com espaços destituídos de resina (25). Esses aspectos podem colaborar para o elevado índice de falhas adesivas em substratos dentinários erodidos, pois os monômeros resinosos não penetram em todo substrato desmineralizado (25).

Mais estudos que avaliem a degradação da interface adesiva ao longo do tempo são necessários para que se possa entender os processos de envelhecimento deste substrato quando restaurado.

## Conclusão

Os diferentes sistemas adesivos universais apresentaram similaridade na resistência da união entre si no esmalte e na dentina erodidos.

## Referências Bibliográficas

1. Ten Cate JM, Imfeld T. Dental erosion, summary. *Eur J Oral Sci* 1996;104:241-244.
2. Domiciano SJ, Colucci V, Serra MC. Effect of two restorative materials on root dentine erosion. *J Biomed Mater Res Part B Appl Biomater* 2010;93:304-308.
3. Moynihan PJ. The role of diet and nutrition in the etiology and prevention of oral diseases. *Bull. World Health Organ* 2005;83:694-699.
4. Alaraudanjoki V, Laitala ML, Tjäderhane L, Pesonen P, Lussi A, Ronkainen J, Anttonen V. Influence of intrinsic factors on erosive tooth wear in a large-scale epidemiological study. *Caries Res* 2016;50:508-516.
5. Lussi A, Schlueter N, Rakhmatullina E, Ganss C. Dental erosion - an overview with emphasis on chemical and histopathological aspects. *Caries Res* 2011;45:2-12.
6. Carvalho TS, Colon P, Ganss C, Huysmans MC, Lussi A, Schlueter N, Schmalz G, Shellis RP, Tveit AB, Wiegand A. Consensus report of the European Federation of Conservative Dentistry: erosive tooth wear-diagnosis and management. *Clin Oral Investig* 2015;7:1557-1561.
7. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011;27:17-28.
8. Rosa WLO, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. *J Dent* 2015;43:765-776.
9. Perdigão J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent* 2003;15:32-41.
10. Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 2005;21:895-910.
11. Tsujimoto A, Barkmeier WW, Takamizawa T, Wilwerding TM, Latta MA, Miyazaki M. Interfacial characteristics and bond durability of universal adhesive to various substrates. *Oper Dent* 2017;42:e59-e70.
12. de Goes MF, Shinohara MS, Freitas MS. Performance of a new one-step multi-mode adhesive on etched vs non-etched enamel on bond strength and interfacial morphology. *J Adhes Dent* 2014;16:243-50
13. Gohring TN, Zehnder M, Sener B, Schmidlin PR. In vitro microleakage of adhesive-sealed dentin with lactic acid and saliva exposure: a radio-isotope analysis. *J Dent* 2004;32:235-240.
14. Yabuki C, Rikuta A, Murayama R, Akiba S, Suzuki S, Takamizawa T, Kurokawa H, Miyazaki M. Effect of acid erosion on enamel bond strength of self-etch adhesives and sonic velocity measurement of enamel. *Dent Mater J*. 2018;37:542-548.
15. Youssef JA, Turbino ML, Youssef MN, Matson E. Resistência de união à dentina de resinas compostas associadas a sistemas adesivos com e sem carga. *Pesq Odontol Bras*. 2001;15:157-160.
16. Nunes MF, Swift Junior EJ, Perdigão J. Effects of adhesive composition on microtensile bond strength to human dentin. *Am J Dent*. 2001;14:340-343.

17. Frattes FC, Augusto MG, Torres CRG, Pucci CR, Borges AB. Bond strength to eroded enamel and dentin using a universal adhesive system. *J Adhes Dent* 2017;19:121-127.
18. Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent* 2013;41:404-411.
19. Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, Osaka A, Van Meerbeek B. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. *J Dent Res* 2012;91:376-381.
20. Fukegawa D, Hayakawa S, Yoshida Y, Suzuki K, Osaka A, Van Meerbeek B. Chemical interaction of phosphoric acid ester with hydroxyapatite. *J Dent Res* 2006;85:941-944.
21. Wagner A, Wendler M, Petschelt A, Belli R, Lohbauer U. Bonding performance of universal adhesives in different etching modes. *J Dent* 2014;42:800-807.
22. Yoshihara K, Yoshida Y, Hayakawa S, Nagaoka N, Irie M, Ogawa T, Van Landuyt KL, Osaka A, Suzuki K, Minagi S, Van Meerbeek B. Nanolayering of phosphoric acid ester monomer on enamel and dentin. *Acta Biomater* 2011;7:3187-3195.
23. Attin, T.; wegehaupt, F. J. Impact of erosive conditions on tooth-colored restorative materials. *Dental Materials* 2014;30:43-49.
24. Marshall SJ, Bayne SC, Baier R, Tomsia AP, Marshall GW. A review of adhesion science. *Dent Mater* 2010;26:11-16.
25. Wang Y, Spencer P. Effect of acid etching time and technique on interfacial characteristics of the adhesive-dentin bond using differential staining. *Eur J Oral Sci* 2004;3:293-299.