

Contemporary views on multiple application of self-etch adhesives – review of literature

Współczesne poglądy na temat wielokrotnej aplikacji samotrawiących systemów wiążących – przegląd piśmiennictwa

Anna Żęcin-Dereń, Jerzy Sokołowski, Barbara Łapińska

Zakład Stomatologii Ogólnej, Katedra Stomatologii Odtwórczej, Uniwersytet Medyczny w Łodzi, Polska
Department of General Dentistry, Chair of Restorative Dentistry, Medical University of Łódź, Poland
Head: prof. dr hab. J. Sokołowski

Abstract

Introduction. Introducing one-step self-etch adhesives (all-in-one) to adhesive dentistry was intended to simplify clinical procedures and increase the bond strength between the composite material and dentine when compared to self-etch two-step or etch-and-rinse adhesives. These requirements failed to be fulfilled. All-in-one adhesives create an inadequate bond strength with dentine; hence they are blamed for the lack of marginal integrity, marginal discoloration and poor retention of fillings. Many authors suggest the change in the application of all-in-one adhesives in order to improve their properties. **Aim of the study.** To summarize the results of available contemporary research on the influence of the multiple application of all-in-one self-etch adhesives on the bond strength between resin and dentine. **Conclusions.** Given the results of scientific papers as well as differences in the chemical composition of various self-etch all-in-one adhesives, their individual application should be determined. Based on the majority of reviewed laboratory studies, an application of two or three layers of the adhesive may increase the bond strength of one-step self-etch adhesives to dentine.

Streszczenie

Wstęp. Wprowadzenie do stomatologii adhezyjnej jednoetapowych samotrawiących systemów wiążących (typu all-in-one) zakładało uproszczenie procedury klinicznej oraz zwiększenie wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębina w porównaniu z samotrawiącymi systemami dwuetapowymi oraz etch-and-rinse. Założeń tych niestety nie udało się spełnić. Systemy typu all-in-one tworzą z zębina połączenie o niedostatecznej wytrzymałości, stąd zarzuca się im brak odpowiedniej szczelności brzeżnej, powstawanie przebarwień brzeżnych oraz utratę retencji wypełnień. Autorzy licznych badań sugerują zmianę metody aplikacji systemów typu all-in-one w celu poprawy ich właściwości. **Cel pracy.** Podsumowanie wyników badań dostępnych w piśmiennictwie, dotyczących wpływu wielokrotnej aplikacji systemów samotrawiących typu all-in-one na wytrzymałość połączenia materiału kompozytowego z zębina. **Podsumowanie.** Mając na uwadze zarówno wyniki badań pochodzących z piśmiennictwa, jak i różnice w składzie poszczególnych systemów wiążących typu all-in-one, należy określić indywidualną metodę ich aplikacji. Na podstawie większości przytoczonych wyników badań laboratoryjnych można stwierdzić, że aplikacja dwóch lub trzech warstw systemu wiążącego może przyczynić się do wzrostu wytrzymałości połączenia samotrawiących systemów wiążących z zębina.

KEYWORDS:

self-etch adhesives, dentine, bond strength

HASŁA INDEKSOWE:

samotrawiące systemy wiążące, zębina, wytrzymałość połączenia



Adhesive dentistry has recorded the rapid growth since *Buonocore* proposed etching of the enamel with phosphoric acid in 1955.¹ Currently available adhesives of the fourth and fifth generation are based on the total-etch technique,² which consists of orthophosphoric acid etching both enamel and dentine in order to produce micromechanical retention between the tooth structure and resin. While etching the dentine, acid completely mineralizes the *intertubular* dentine, creating nanoporosity and exposing the fibrous matrix. This enables the infiltration of monomers, which are components of the adhesive, between collagen fibres. The resultant so-called hybrid layer is responsible for the bond strength between the resin and dental tissues.^{3,4} To ensure the optimal conditions for this connection dentine should not be allowed to dry after etching, because it leads to the collapse of collagen fibres and prevents the penetration of monomers between them. At the same time, leaving dentine too moist prevents the action of hydrophobic resin. Self-etch adhesives were introduced to solve the problem of the optimum wetting of dentine, as well as to facilitate and shorten the application procedure. They belong to the so-called the sixth (two-bottle) and seventh (one-bottle, the so-called all-in-one) generation. They contain acidic hydrophilic monomers that demineralise dentine and infiltrate it at the same time. Contrary to expectations, self-etch adhesives have proven to be clinically less effective than the fourth and fifth generation materials (total-etch).^{5,6} Currently, they are accused of a number of drawbacks, such as less immediate bond strength,^{7,8} increased *nanoleakage* after aging,⁹⁻¹¹ large water sorption (systems rich in HEMA),^{12,13} phase separation, or separation of the monomer from the solvent (system free of HEMA),¹⁴ difficulty in the optimum evaporation of the solvent, short expiry date,¹⁵ and longer lasting application procedure, or at least the same duration as in the case of two-bottle self-etch adhesives.⁷

Still unresolved issues include: the lack of proper marginal integrity, marginal discoloration and the

Stomatologia adhezyjna odnotowała szybki rozwój odkąd *Buonocore* zaproponował w 1955 r. wytrawianie szkliwa kwasem fosforowym.¹ Obecnie dostępne systemy wiążące IV i V generacji opierają się na technice total-etch,² która polega na wytrawianiu kwasem ortofosforowym zarówno szkliwa, jak i zębiny w celu wytworzenia mikromechanicznego zakotwiczenia pomiędzy tkankami zęba a żywicą. Podczas wytrawiania zębiny kwas całkowicie demineralizuje zębinę międzykanalikową, tworząc nanoporowatości i odsłaniając włóknistą macierz. Pozwala to na infiltrację monomerów będących składnikiem systemu wiążącego pomiędzy włókna kolagenowe. Powstaje tzw. warstwa hybrydowa, odpowiedzialna za wytrzymałość połączenia pomiędzy żywicą a tkankami zęba.^{3,4} Aby zapewnić optymalne warunki dla wytworzenia tego połączenia, nie należy dopuścić do przesuszenia zębiny po jej wytrawieniu, ponieważ prowadzi to do zapadnięcia się włókien kolagenowych i uniemożliwia przenikanie pomiędzy nie monomerów. Jednocześnie pozostawienie zębiny zbyt wilgotnej uniemożliwia działanie hydrofobowej żywicy. Aby rozwiązać problem optymalnego zwilżenia zębiny, a także ułatwić i skrócić procedurę aplikacji wprowadzono systemy samotrawiące (self-etch), należące do tzw. VI (dwubuteleczkowe) i VII (jednobuteleczkowe, tzw. all-in-one) generacji. Zawierają one hydrofilne kwasowe monomery, które jednocześnie demineralizują zębinę i infiltrują ją. Wbrew oczekiwaniom, systemy samotrawiące okazały się mniej efektywne klinicznie niż systemy IV i V generacji (total-etch).^{5,6} Obecnie zarzuca się im liczne wady, takie jak mniejsza natychmiastowa^{7,8} siła wiązania oraz po starzeniu, zwiększony nanoprzeciek,⁹⁻¹¹ znaczna sorpcja wody (systemy bogate w HEMA),^{12,13} separacja faz, czyli oddzielanie się monomeru od rozpuszczalnika (systemy wolne od HEMA),¹⁴ trudności w optymalnym odparowaniu rozpuszczalnika, krótki termin ważności,¹⁵ a także dłużej lub podobnie długo jak w przypadku systemów samotrawiących dwubuteleczkowych trwająca procedura aplikacji.⁷

Wciąż nierozwiązana jest kwestia braku odpowiedniej szczelności brzeżnej, przebarwień brzeżnych oraz utraty retencji wypełnień łączonych adhezyjnie z zębiną za pomocą systemów samo-



loss of retention of fillings adhesively bonded to dentine using self-etch adhesives. Authors of a number of studies suggest the change of the method of application of these adhesives in order to improve their properties.¹⁶⁻¹⁹

One possibility is to cover one layer of the self-etch adhesive (one- or two-step) with hydrophobic resin. Self-etch adhesives comprise hydrophilic acidic monomers, in contrast to the total-etch adhesives, which are hydrophobic. The resulting hydrophilic hybrid layer acts as a semipermeable membrane and allows water to permeate, even after polymerization.¹³ Consequently, there occurs degradation of the hybrid layer by hydrolysis and exposure of collagen, which impairs durability of the adhesive bonding. Hydrophobic resin would constitute a barrier to the diffusion of water through the hybrid layer.

Another alternative is to increase the number of applied layers within a single self-etch adhesive. This would lead to an increase in the impregnation of collagen network by acid monomers, reduction of the degradation of this network and the sorption of water to obtain more homogeneous and durable a hybrid layer.^{18,20-23}

Analyzing the relationship between the properties of the adhesive layer and its suppression of stresses in composite fillings with the method of finite elements, *Ausiello* et al.²⁴ found that the greater thickness of the adhesive layer makes it more elastic, and so the resulting stresses are suppressed by the deformation of resin.

As shown, one-bottle self-etch adhesive (all-in-one) form a much thinner and less homogenous hybrid layer than total-etch adhesives,²⁵ so it seems reasonable to employ multiple applications of self-etch adhesives. An important issue, also having the clinical significance, is the question whether adhesives should be polymerization between successive applications. Separate polymerization after each application of the adhesive helps to produce the thicker adhesive layer, which effectively balances the stresses at the border of the composite material and the tooth substance induced by polymerization shrinkage, mechanical stress and temperature changes.¹⁸ At the same time, during polymerization of the

trawiających. Autorzy licznych badań¹⁶⁻¹⁹ sugerują zmianę metody aplikacji tych systemów w celu poprawy ich właściwości.

Jedną z możliwości jest pokrycie jednej warstwy systemu samotrawiącego (jedno- lub dwuetapowego) hydrofobową żywicą. Systemy samotrawiące zawierają hydrofilowe, kwasowe monomery, w przeciwieństwie do systemów total-etch, które są hydrofobowe. Powstająca hydrofilowa warstwa hybrydowa działa jak błona półprzepuszczalna i pozwala na ruch wody, nawet po polimeryzacji.¹³ W konsekwencji dochodzi do degradacji warstwy hybrydowej poprzez hydrolizę i odsłonięcie kolagenu, co upośledza trwałość połączenia adhezyjnego. Hydrofobowa żywica stanowiłaby barierę dla dyfuzji wody przez warstwę hybrydową.

Alternatywą dla poprzedniej metody jest zwiększenie liczby warstw aplikowanych w obrębie jednego systemu samotrawiącego. Miałoby to prowadzić do zwiększenia impregnacji sieci kolagenowej przez kwasowe monomery, zmniejszyć degradację tej sieci, a także sorpcję wody w celu uzyskania warstwy hybrydowej o większej jednorodności i trwałości.¹⁸⁻²³

Ausiello i wsp.,²⁴ analizując metodą elementów skończonych związek pomiędzy właściwościami warstwy adhezyjnej a tłumieniem przez nią naprężeń w wypełnieniach kompozytowych stwierdzili, że większa grubość warstwy adhezyjnej powoduje jej większą sprężystość, dzięki czemu powstające naprężenia są tłumione poprzez odkształcanie żywicy. Jak wykazano, jednobuteleczkowe systemy samotrawiące (all-in-one) tworzą znacznie cieńszą i mniej homogenną warstwę hybrydową niż systemy total-etch,²⁵ zatem wydaje się uzasadnione stosowanie wielokrotnej aplikacji systemów samotrawiających. Istotną kwestią, mającą również znaczenie kliniczne jest pytanie, czy system wiążący powinien być naświetlany pomiędzy kolejnymi aplikacjami. Osobne naświetlanie, po każdej aplikacji systemu wiążącego przyczynia się do wytworzenia grubszej warstwy adhezyjnej, która skuteczniej równoważy naprężenia występujące na granicy kompozytu i tkanek zęba, wywołane skurczem polimeryzacyjnym, obciążeniami mechanicznymi oraz zmianami temperatury.¹⁸ Jednocześnie podczas naświetlania kolejnych warstw żywicy do-

successive layers of resin, the first layer is more completely polymerized, which increases its conversion and allows avoiding the problems associated with the presence of the oxygen inhibition layer.²⁶ Multiple application of the adhesive and simultaneous light-curing causes a minimal increase in the thickness of the adhesive layer (a physical factor), but it may have effects that are chemical in nature. During the first application, the adhesive starts etching dentine; however, it is likely to be quickly buffered. Providing more acidic monomers during the subsequent application may increase the ability of the adhesive to etch dentine, particularly if the solvent evaporates between successive applications of the adhesive, and the concentration of acid monomers increases. This may contribute to a more thorough infiltration of the collagen fibres and better polymerization of the adhesive. Thus, without increasing the thickness, the adhesive layer has better quality, which ensures a stronger bond between the adhesive and dentine.^{27,28} These issues are hereby discussed in the light of the currently available literature.

The application of multiple layers of adhesive (with separate light-curing of each layer)

Swathi et al.²⁹ studied the effect of the number of applied layers of single-step self-etch Tetric N-Bond (Ivoclar Vivadent) adhesive on the bond strength to dentine. Two or four layers of the adhesive were applied to the prepared dentine of extracted human teeth, light-curing each of them separately, immediately after application. The results were compared with the control group where one layer of adhesive was applied to dentine in accordance with the manufacturer's instructions. Then, the samples were bonded with the Tetric N Ceram composite material and the bond strength was tested using the tensile test (TBS). The highest mean strength was found after the application of a double layer of the adhesive. The authors argue that a single layer of self-etch all-in-one adhesive is probably too thin to be able to be fully polymerized. This thesis is confirmed

chodzi do pełniejszej polimeryzacji pierwszej warstwy, co zwiększa jej konwersję i pozwala uniknąć problemów związanych z obecnością warstwy inhibicji tlenowej.²⁶ Wielokrotna aplikacja systemu wiążącego i jednoczesne naświetlenie powoduje minimalny wzrost grubości warstwy adhezyjnej (czynnik fizyczny), jednak może mieć skutki natury chemicznej. Podczas pierwszej aplikacji, system wiążący rozpoczyna trawienie zębiny, jednakże jest on najprawdopodobniej szybko buforowany. Dostarczenie większej ilości kwasowych monomerów podczas kolejnej aplikacji może zwiększać zdolność systemu wiążącego do trawienia zębiny, szczególnie jeśli pomiędzy kolejnymi aplikacjami systemu, rozpuszczalnik zostaje odparowany i stężenie kwasowych monomerów wzrasta. Może się to przyczyniać do dokładniejszej infiltracji pomiędzy włókna kolagenowe oraz lepszej polimeryzacji systemu. Tym samym, bez wzrostu grubości, powstaje warstwa adhezyjna lepszej jakości, gwarantująca silniejsze połączenie systemu i zębiny.^{27,28} W prezentowanej pracy omówiono te zagadnienia w świetle obecnie dostępnego piśmiennictwa.

Aplikacja kilku warstw systemu wiążącego (z naświetlaniem każdej warstwy osobno)

Swathi i wsp.²⁹ badali wpływ liczby aplikowanych warstw jednoetapowego samotrawiącego systemu wiążącego Tetric N-bond (Ivoclar Vivadent) na siłę jego wiązania do zębiny. Na opracowaną zębinę usuniętych zębów ludzkich aplikowano dwie lub cztery warstwy systemu wiążącego, naświetlając każdą z nich oddzielnie, zaraz po aplikacji. Wyniki porównywano z grupą kontrolną, w której na zębinę aplikowano jedną warstwę systemu wiążącego zgodnie z zaleceniami producenta. Następnie próbki łączono z materiałem kompozytowym Tetric N Ceram i za pomocą testu rozciągania (TBS) badano wytrzymałość połączenia. Najwyższą średnią wytrzymałość stwierdzono po aplikacji podwójnej warstwy systemu wiążącego. Autorzy uzasadniają, iż pojedyncza warstwa samotrawiącego systemu all-in-one jest prawdopodobnie zbyt cienka, by mogła zostać w pełni spolimeryzowana. Tezę tę potwierdzają badania Zheng i wsp.,³⁰ którzy stwierdzili, iż warstwy adhezyjne o grubości poniżej 25 μm nie są

by the studies conducted by *Zheng et al.*,³⁰ who found that the adhesive layers with a thickness less than 25 μm were not adequately polymerized due to the phenomenon of oxygen inhibition; hence the application of the next layer makes the bond strength greater. The subsequent layer tightly covers the first one enabling repeated, more complete polymerization.

An increase in the thickness of the adhesive layer after applying two layers of the adhesive may also be responsible for the high elastic release effect. A decrease in the bond strength with the application of four layers was explained by *Swathi et al.* by an excessive increase in the thickness of the adhesive layer resulting in the cohesive failure within this layer.

Also, the research conducted by *De Silva et al.*³¹ confirmed that too thin adhesive layer adversely affects the bond strength of self-etch adhesive bonding to dentine. In their work, using the scanning electron microscope, they assessed the thickness of the adhesive layer obtained after the application of one and two layers of self-etch adhesives: one-step Adper Prompt (3M ESPE) and two-step Clearfil SE Bond (Kuraray). The adhesive layer was the thinnest in the case of Adper Prompt, despite applying two layers of the adhesive. The minimum tensile strength (μTBS) was obtained for Adper Prompt, which is explained by the authors by the action of a number of factors. Firstly, a single application of this adhesive forms a very thin adhesive layer. For this reason, and also because of the presence of water in the resin (as the solvent in the composition of the adhesive), the polymerization process may not fully proceed, which is manifested as porosity visible in the adhesive layer. Short application time (10 seconds, according to the manufacturer) is likely to be too short for the complete elimination of water. Moreover, etching of dentine causes that ions of calcium and phosphorus are included in the adhesive layer, which, because of their osmotic properties, stimulates the penetration of water through the resin. This gives rise to the so-called water droplets, and the resulting porosity can weaken the connection between resin and dentine. In the case of self-etch Clearfil SE Bond

odpowiednio spolimeryzowane z powodu zjawiska inhibicji tlenowej, stąd większa siła wiązania przy aplikacji kolejnej warstwy, która szczelnie przykrywa warstwę pierwszą, umożliwiając jej ponowną, pełniejszą polimeryzację. Wzrost grubości warstwy adhezyjnej po naniesieniu dwóch warstw systemu wiążącego może również odpowiadać za skuteczniejszą redukcję naprężeń podczas rozciągania. Spadek wytrzymałości połączenia przy aplikacji czterech warstw *Swathi* i wsp. wytłumaczyli nadmiernym wzrostem grubości warstwy adhezyjnej, skutkującym uszkodzeniami kohezyjnymi w obrębie tej warstwy.

Również badania *De Silva* i wsp.³¹ potwierdzają, iż zbyt cienka warstwa adhezyjna wpływa negatywnie na wytrzymałość połączenia samotrawiących systemów wiążących z zębina. W swojej pracy oceniali oni w elektronowym mikroskopie skaningowym grubość warstwy adhezyjnej uzyskanej po aplikacji jednej oraz dwóch warstw samotrawiących systemów: jednoetapowego Adper Prompt (3M ESPE) oraz dwuetapowego Clearfil SE Bond (Kuraray). Warstwa adhezyjna była najcieńsza w przypadku Adper Prompt, pomimo aplikowania nawet dwóch warstw tego systemu. Również najmniejszą wytrzymałość na rozciąganie (μTBS) uzyskano w przypadku Adper Prompt, co autorzy uzasadniają działaniem kilku czynników. Po pierwsze, pojedyncza aplikacja tego systemu powoduje powstanie bardzo cienkiej warstwy adhezyjnej. Z tego powodu, a także ze względu na obecność wody w żywicy (jako rozpuszczalnika w składzie systemu wiążącego) polimeryzacja może nie zachodzić w pełni, czego objawem są widoczne w warstwie adhezyjnej porowatości. Krótki czas aplikacji (10 sek. wg zaleceń producenta) prawdopodobnie jest zbyt krótki dla całkowitej eliminacji wody. Co więcej, wytrawianie zębiny powoduje włączenie do warstwy adhezyjnej jonów wapnia i fosforu, które ze względu na swoje właściwości osmotyczne powodują przenikanie wody poprzez żywicę. W ten sposób powstają tzw. pęcherze wodne, a powstające porowatości mogą osłabiać połączenie żywicy z zębina. W przypadku systemów samotrawiących Clearfil SE Bond i Adper Prompt, *De Silva* i wsp. nie stwierdzili istotnego statystycznie wzrostu wytrzymałości

and Adper Prompt adhesives, *De Silva et al.* did not find a statistically significant increase of the bond strength after the application of the second layer of these adhesives. However, *Pashley et al.*³² obtained greater tensile strength (μ TBS) after the application of the second layer for Adper Prompt L-Pop (3M ESPE). Adper Prompt is in the form of two bottles, while Adper Prompt L-Pop is provided as disposable applicators, hence the difference in the test results may be due to different parameters during the microtensile test (μ TBS) or the form of packaging (two bottles vs. disposable applicators), which affect the quality of the applied adhesive.

In addition to performing strength tests for Adper Prompt L-Pop, *Pashley et al.*³² examined the nanoleakage at the resin-dentine interface using a transmission electron microscope (TEM). For this purpose, the samples were immersed in an ammoniacal silver nitrate solution, and then treated with a solution with reducing and fluorescent light properties, so that silver particles filled voids, along the bonded interface. There was a significantly lower amount of silver deposition in the adhesive layer obtained after the application of two layers of resin than in a single layer, which proves a greater integrity at the interface. *Ito et al.* showed a similar relationship for the Adper Prompt L-Pop adhesive and other tested one-step self-etch iBond Gl (Heraeus Kulzer) and Xeno III (Caulk/Dentsply) adhesives.¹⁸

Multiple application of adhesive with one-step polymerization

As previously mentioned, another potential way to increase the bond strength between self-etch adhesives and dentine could be their several applications with the simultaneous evaporation of the solvent and one-step polymerization. Such management seems to be gaining more and more interest of researchers due to promising results.

The most common solvents used in self-etch adhesives are acetone and water or ethanol and water. Acetone has the highest vapour pressure (184 mm Hg at 20°C) compared with ethanol (43.9 mm Hg at 20°C) and water (17.5 mm Hg at 20°C), which means that it evaporates much faster.

połączenia po aplikacji drugiej warstwy tych systemów. Jednak *Pashley i wsp.*³² uzyskali większą wytrzymałość na rozciąganie (μ TBS) po aplikacji drugiej warstwy dla Adper Prompt L-Pop (3M ESPE). Adper Prompt występuje w postaci dwóch buteleczek, natomiast Adper Prompt L-Pop jako jednorazowe aplikatory, stąd różnica w wynikach badań może być spowodowana odmiennymi parametrami podczas wykonywania testu mikrorozciągania (μ TBS) lub formą opakowania (dwie buteleczki vs. jednorazowe aplikatory) wpływającą na jakość aplikowanego systemu.

Pashley i wsp.,³² oprócz wykonania badań wytrzymałościowych dla Adper Prompt L-Pop, oceniali również w elektronowym mikroskopie transmisyjnym (TEM) przeciek na granicy zębiny i badanego systemu wiążącego. W tym celu próbki zanurzano w amoniakalnym roztworze azotanu srebra, a następnie poddawano działaniu roztworu o właściwościach redukcyjnych i światła fluorescencyjnego, tak by cząsteczki srebra wypełniły puste przestrzenie zarówno na połączeniu systemu wiążącego i zębiny, jak i w samym systemie wiążącym. W warstwie adhezyjnej uzyskanej po aplikacji dwóch warstw żywicy stwierdzono znacznie mniejszą ilość złogów srebra niż w przypadku pojedynczej warstwy żywicy, co świadczy o bardziej szczelnym połączeniu. Podobną zależność zarówno dla systemu Adper Prompt L-Pop, jak i innych badanych jednoetapowych samotrąwiających systemów wiążących, iBond Gl (Heraeus Kulzer) i Xeno III (Caulk/Dentsply), wykazali *Ito i wsp.*¹⁸

Wielokrotna aplikacja systemu wiążącego z jednoczasową polimeryzacją

Jak wcześniej wspomniano, innym potencjalnym sposobem zwiększenia wytrzymałości połączenia samotrąwiających systemów wiążących z zębina mogłaby być kilkukrotna ich aplikacja z każdorazowym odparowaniem rozpuszczalnika oraz jednoczasowa polimeryzacja. Takie postępowanie wydaje się zyskiwać coraz większe zainteresowanie autorów badań ze względu na obiecujące wyniki.

Najczęściej stosowanymi w systemach samotrąwiających rozpuszczalnikami są aceton i woda lub etanol i woda. Aceton ma najwyższą prężność



Air stream directed at the resin causes a relative increase in the amount of water and monomer in the solution. This prevents further evaporation of water and penetration of monomers between the collagen fibres. This phenomenon occurs to an even greater extent in the multiple application of adhesive and simultaneous light-curing. The accumulation of water in the adhesive layer increases, and the bonding between dentine and the adhesive weakens. In the case of ethanol and water, this phenomenon is also visible, but to a lesser extent, due to the more comparable vapour pressure of water and ethanol, which enables evaporation at a similar rate. It can, therefore, be concluded that adhesives based on ethanol and water allow for a more permanent bond.

One study relating to this issue was conducted by *Mandava et al.*²⁵ who used TBS to examine the bond strength between dentine and AdheSE (Ivoclar Vivadent) self-etch adhesive applied 1, 2, 3, 4, 6 and 8 times and polymerized in a single stage. Double application was proven to be the most beneficial. *Chasqueira et al.*¹⁷ received the highest bond strength after three applications of Adper Easy Bond (3M ESPE) self-etch adhesive. This adhesive was applied one, two, three, or four times and then light-cured, the bond strength was examined using the shear test (SBS). The authors explain a decrease in the bond strength after the fourth application of the resin by the excessive thickness of the resulting adhesive layer, which is then the weakest element of the dentine-adhesive-composite system.

Improving the properties of the adhesive layer obtained as a result of repeated application of the adhesive does not apply to one-step self-etch adhesives enriched by filler (e.g. G-Bond and Xeno III). *Albuquerque et al.*¹⁹ examined these adhesives using the microtensile test (μ TBS) and did not record an increase of the bond strength after two applications. According to these authors, G-Bond (GC) and Xeno III (Dentsply De Trey), thanks to the filler content, form thicker layers, less susceptible to oxygen inhibition; therefore, double application does not improve the bond strength of the composite material to dentine. Also, in the case of Clearfil SE Bond (Kuraray),

pary (184 mm Hg w 20°C) w porównaniu z etanolem (43,9 mm Hg w 20°C) i wodą (17,5 mm Hg w 20°C), co oznacza, że wyparowuje znacznie szybciej. Podczas gdy na żywicę kierowany jest strumień powietrza, względna zawartość wody i monomeru w roztworze rośnie, co uniemożliwia dalsze wyparowywanie wody oraz penetrację monomerów pomiędzy włókna kolagenowe. Zjawisko to zachodzi w jeszcze większym stopniu podczas wielokrotnej aplikacji systemu wiążącego i jego jednoczasowym naświetlaniu. Akumulacja wody w warstwie adhezyjnej rośnie, osłabiając połączenie systemu wiążącego z zębina. W przypadku etanolu i wody zjawisko to również jest widoczne, jednak w mniejszym stopniu, ze względu na bardziej porównywalną prężność pary wody i etanolu, która pozwala im na wyparowywanie w podobnym tempie. Można zatem uznać, że systemy oparte na etanolu i wodzie pozwalają na uzyskania bardziej trwałego połączenia.

Jedno z badań dotyczących tego zagadnienia zostało przeprowadzone przez *Mandava i wsp.*,²⁵ którzy badali za pomocą TBS siłę wiązania z zębina systemu samotrawiącego AdheSE (Ivoclar Vivadent) aplikowanego 1-, 2-, 3-, 4-, 6- i 8-krotnie i polimeryzowanego jednoczasowo. Najkorzystniejsza okazała się aplikacja dwukrotna. Również *Chasqueira i wsp.*¹⁷ uzyskali najwyższą wytrzymałość połączenia po trzykrotnej aplikacji systemu samotrawiącego Adper Easy Bond (3M ESPE). System ten aplikowano jedno-, dwu-, trzy- lub czterokrotnie i następnie naświetlano, a wytrzymałość połączenia badano za pomocą testu ścinania (SBS). Spadek siły wiązania po czterokrotnej aplikacji żywicy autorzy tłumaczą nadmierną grubością powstałej warstwy adhezyjnej, która stanowi wówczas najsłabsze ogniwo układu zębina–system wiążący–kompozyt.

Poprawa właściwości warstwy adhezyjnej uzyskanej na skutek wielokrotnej aplikacji systemu wiążącego nie odnosi się jednak do jednoetapowych systemów samotrawiących wzbogaconych wypełniaczem (np. G-Bond oraz Xeno III). *Albuquerque i wsp.*¹⁹ nie stwierdzili dla tych systemów wzrostu wytrzymałości połączenia na mikrorozciąganie (μ TBS) przy ich podwójnej aplikacji. Według tych autorów, G-Bond (GC) oraz

which is a two-step self-etch adhesive, the authors found no statistically significant differences in the bond strength to dentine after one and two applications of the adhesive. In contrast, the test of Adper Prompt L-Pop showed an increase in the bond strength after two applications.

This conclusion is contrary to the research conducted by *Nakaoki et al.*³³ who did not show such a relationship. They assessed the bond strength of single-step self-etch adhesives: Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), REACTMER BOND (Shofu), OBF-2 (Tokuyama Dental) and Xeno III (Dentsply-Sankin) to dentine, using the microshear test (μ SBS). The evaluation of the debonded dentine surface using a scanning electron microscope, which was carried out by the authors after the microshear test, showed differences in the morphology of the hybrid layer between the study groups. The application of a single layer of the Adper Prompt L-Pop adhesive caused that collagen fibres were incompletely coated with resin, which could accelerate degradation of the bonding between the adhesive and the dental tissues. Two applications of this adhesive produced better etching of the peritubular dentine. For REACTMER BOND, the peritubular dentine remained unchanged in both groups, while the intertubular dentine had a somewhat porous structure. Only in the group with double application of resin tags were present in each dentinal tubule. For Xeno III, the intertubular dentine was porous in both groups; also the resin tags in the dentinal tubules were longer in the group after two applications. For OBF-2, double application left both inter- and peritubular dentine more porous than after a single application.

Separate or final polymerization?

– comparison

As shown above, both methods of using self-etch adhesives (with simultaneous or separate light-curing) have their advantages. *Ito et al.*¹⁸ and *Elkassas et al.*³⁴ compared the effectiveness of these methods. *Ito et al.* evaluated one-step self-etch iBond (Heraeus Kulzer) and Xeno III (Caulk Dentsply) adhesives. They performed from one

Xeno III (Dentsply De Trey), dzięki zawartości wypełniacza, tworzą grubsze warstwy, mniej podatne na inhibicję tlenową, dlatego też zastosowanie podwójnej ich aplikacji nie poprawia wytrzymałości połączenia materiału kompozytowego z zębina. Także dla dwuetapowego systemu samotrawiącego Clearfil SE Bond (Kuraray), autorzy nie stwierdzili statystycznie istotnych różnic w wytrzymałości połączenia z zębina przy jednej i dwóch aplikacjach systemu. Natomiast dla badanego również Adper Prompt L-Pop autorzy wykazali wzrost siły wiązania po jego podwójnej aplikacji.

Wniosek ten pozostaje w sprzeczności z badaniami *Nakaoki i wsp.*,³³ którzy nie wykazali takiej zależności oceniając wytrzymałość połączenia za pomocą testu mikrościanania (μ SBS) dla badanych jednoetapowych samotrawiących systemów wiążących: Adper Prompt L-Pop (3M ESPE), REACTMER BOND (Shofu), OBF-2 (Tokuyama Dental) oraz Xeno III (Dentsply-Sankin). Przeprowadzona przez autorów, po teście mikrościanania, ocena powierzchni przełomów zębiny w elektronowym mikroskopie skaningowym wykazała różnice w morfologii warstwy hybrydowej pomiędzy badanymi grupami. Aplikacja pojedynczej warstwy systemu Adper Prompt L-Pop skutkowała obecnością włókien kolagenowych niecałkowicie pokrytych żywicą, co mogłoby prowadzić do szybszej degradacji połączenia pomiędzy systemem wiążącym a tkankami zęba. Podwójna aplikacja tego systemu spowodowała skuteczniejsze trawienie zębiny okołokanalikowej. Dla REACTMER BOND w obu grupach stwierdzono, iż zębina okołokanalikowa pozostała niezmienną, natomiast zębina międzykanalikowa miała nieco porowatą strukturę. Jedynie w grupie o podwójnej aplikacji kosmki żywicy widoczne były w każdym kanaliku zębinowym. Dla Xeno III stwierdzono obecność porowatej zębiny międzykanalikowej w obu grupach, a także dłuższe kosmki żywicy obecne w kanalikach zębinowych w grupie o podwójnej aplikacji. Dla OBF-2 stwierdzono, iż podwójna aplikacja pozostawiła bardziej porowatą zębina zarówno między-, jak i okołokanalikową niż pojedyncza aplikacja.



to five applications (with simultaneous light-curing at the end), or put one to five layers with intermediate light-curing. The bond strength was examined using the microtensile test (μ TBS), and marginal integrity using ammoniacal solution of silver nitrate. It was found that in the group with final light-curing the bond strength increased with each new application. For Xeno III, differences were statistically significant for three and four applications, and for iBond for three applications. In the groups with intermediate polymerization, the maximum bond strength was obtained for Xeno III i.e. for three layers, and for iBond for two layers. It was found that separate polymerization gives the stronger bond than a single one, and a smaller leakage. Interestingly, there was no difference in the thickness of the adhesive layer in the study groups.

Also, *Elkassas et al.* compared groups, in which the adhesive was light-cured separately after subsequent applications or in a single stage. The authors studied the effects of application method of single-step self-etch Xeno IV (Dentsply Caulk) and G-Bond (GC) adhesives on the bond strength to dentine. The study included single or double application (with simultaneous light-curing), or the adhesives were applied in two separately light-cured layers. The bond strength was tested using the microtensile test (μ TBS), after which the surfaces of the samples were evaluated under a scanning electron microscope (SEM). Doubling of the number of layers increased the bond strength between resin and dentine for both self-etch adhesives. In contrast to *Ito et al.*, *Elkassas et al.* found that simultaneous light-curing after multiple application of the studied adhesives, is preferred over the polymerization of each layer separately. A single, simultaneous light-curing increased the bond strength for G-Bond adhesive more than twice. Likewise for Xeno IV, but the increase was not statistically significant. Interestingly, *Elkassas et al.* observed an increase in the thickness of the hybrid layer for both self-etch adhesives after two applications (from the level of nano- to micro-interactions), but this has not been confirmed in the studies conducted by *Belli et al.*¹⁶ The SEM analysis revealed that separate light-curing of each

Polimeryzacja oddzielna czy końcowa? – porównanie

Jak przedstawiono, obie metody stosowania samotrąwiającego systemu wiążącego (z jednoczasowym bądź oddzielnym naświetlaniem) mają swoje zalety. *Ito i wsp.*¹⁸ oraz *Elkassas i wsp.*³⁴ porównali skuteczność tych metod. *Ito i wsp.* oceniali jednoetapowe samotrąwiące systemy wiążące iBond (Heraeus Kulzer) oraz Xeno III (Caulk Dentsply). Nakładano je stosując od jednej do pięciu aplikacji (z jednoczasowym naświetlaniem na końcu) lub наносzono w jednej do pięciu warstw naświetlając każdą z nich oddzielnie. Wytrzymałość połączenia badano testem mikrorozciągania (μ TBS), a szczelność połączenia – stosując amoniakalny roztwór azotanu srebra. Stwierdzono, iż w grupie naświetlanej końcowo, z każdą kolejną aplikacją rosła wytrzymałość połączenia. W przypadku Xeno III różnice były istotne statystycznie dla trzech i czterech aplikacji, a w przypadku iBond dla trzech aplikacji. W grupach naświetlanych oddzielnie, maksymalną wytrzymałość uzyskano w przypadku Xeno III dla trzech warstw, a w przypadku iBond dla dwóch warstw. Stwierdzono, iż oddzielna polimeryzacja przyczyniała się do utworzenia silniejszego połączenia niż pojedyncza, a także do mniejszego przecieku. Co ciekawe, nie stwierdzono różnic w grubości warstwy adhezyjnej w badanych grupach.

Również *Elkassas i wsp.* porównywali ze sobą grupy, w których system wiążący naświetlano oddzielnie po kolejnych aplikacjach lub jednoczasowo. Autorzy badali wpływ sposobu aplikacji jednoetapowych samotrąwiających systemów Xeno IV (Dentsply Caulk) i G-Bond (GC) na wytrzymałość ich wiązania do zębiny. Stosowano jedno- lub dwukrotną aplikację (z jednoczasowym naświetlaniem) lub systemy te nakładano w dwóch, oddzielnie naświetlanych warstwach. Wytrzymałość połączenia badano testem mikrorozciągania (μ TBS), po którym powierzchnie próbek oceniano w mikroskopie skaningowym (SEM). Podwojenie liczby warstw skutkowało wzrostem siły połączenia żywicy z zębina dla obu systemów samotrąwiających. W przeciwieństwie do *Ito i wsp.*, *Elkassas i wsp.* stwierdzili, że dla badanych systemów jednoczasowe naświetlenie aplikowanego

layer increased the thickness of the adhesive layer to a greater extent than single, final light-curing of the layers, as confirmed by the study conducted by *de Silva et al.*³¹

pH

There are three groups of self-etch adhesives based on pH (this determines the aggressiveness of the process): strong ($\text{pH} < 1$), intermediate ($1 < \text{pH} < 2$) and mild ($\text{pH} > 2$).⁶ *Ermis et al.*³⁵ added the fourth group to this classification, the so-called ultra-mild self-etch adhesives ($\text{pH} \geq 2.7$). Strong adhesives etch dentine in a way similar to total-etch adhesives causing its demineralisation at a large depth.³⁶ However, calcium phosphates from hydroxyapatite are incorporated into the structure of the resin, instead of being washed out. Because they are very unstable in the humid environment, they weaken the integrity of the bond between the adhesive and dentine, which is confirmed by the results of both clinical and laboratory tests, particularly with regard to the reduced fillings retention. These facts suggest the use of mild self-etch adhesives that cause surface demineralization (modification) of the smear layer,³⁶ and in the long-term research provide the stable bond with dentine. The results of recent studies³⁷ raise a doubt as to the possibility of dissolving the smear layer and sufficient dentine demineralization, especially by ultra-mild adhesives. A thick smear layer has a higher buffering capacity, and can substantially neutralize the acidity of the ultra-soft adhesives, which reduces the bonding strength to dentine. Therefore, *Belli et al.*¹⁶ proposed the application of more layers of ultra-soft adhesives in order to maximize the concentration of acidic monomers and to increase dentine demineralization. The authors used the microtensile test (μTBS) to assess the impact of multiple applications of ultra-gentle, one-step self-etch Adper Easy Bond (3M ESPE) and Clearfil S 3 Bond (Kuraray) adhesives on the bond strength to dentine covered with a smear layer of the high and low thickness. Thin smear layer was obtained by grinding dentine with wet 600-grit SiC paper, and thick – with 60-grit. After the test, the fractures of samples were evaluated using a scanning electron microscope (SEM).

wielokrotnie systemu wiążącego jest bardziej korzystne od polimeryzacji każdej kolejnej warstwy osobno. Pojedyncze, jednoczasowe naświetlanie zwiększyło wytrzymałość połączenia dla systemu G-Bond ponad dwukrotnie. Podobnie dla Xeno IV, przy czym wzrost ten nie był istotny statystycznie. Co ciekawe, *Elkassas i wsp.* zaobserwowali wzrost grubości warstwy hybrydowej dla obu systemów samotrawiących przy podwójnej aplikacji (z poziomu nano- do mikrointerakcji), co jednak nie zostało potwierdzone w badaniach *Belli i wsp.*¹⁶ Analiza w SEM dowiodła, że osobne naświetlanie każdej warstwy w większym stopniu przyczynia się do wzrostu grubości warstwy adhezyjnej niż pojedyncze, końcowe naświetlanie aplikowanych warstw, co potwierdziły również badania *de Silva i wsp.*³¹

pH

Można wyróżnić trzy grupy systemów samotrawiących ze względu na ich pH (decydujące o agresywności działania systemu): silne ($\text{pH} < 1$), pośrednie ($1 < \text{pH} < 2$) oraz łagodne ($\text{pH} > 2$).⁶ *Ermis i wsp.*³⁵ zaproponowali uzupełnienie tego podziału o czwartą grupę, tzw. ultra-łagodne systemy samotrawiące ($\text{pH} \geq 2,7$). Silne systemy trawią zębinę w podobny sposób jak systemy total-etch, powodując jej demineralizację na dużej głębokości.³⁶ Jednak fosforany wapnia z hydroksyapatytu zamiast zostać wypłukane, są włączane w strukturę żywicy. Ponieważ są one bardzo niestabilne w wilgotnym środowisku, osłabiają integralność połączenia systemu wiążącego z zębina, co potwierdzają wyniki badań zarówno klinicznych, jak i laboratoryjnych, szczególnie w odniesieniu do obniżonej trwałości wypełnień. Powyższe fakty skłaniają raczej do stosowania łagodnych systemów samotrawiących, które powodują powierzchniową demineralizację (modyfikację) warstwy mazistej,³⁶ a w badaniach długoczasowych stabilne połączenie z zębina. Wyniki ostatnich badań³⁷ nasuwają jednak wątpliwości, co do możliwości rozpuszczania warstwy mazistej i dostatecznej demineralizacji zębiny, zwłaszcza przez ultra łagodne systemy wiążące. Gruba warstwa mazista posiada większe właściwości buforujące i może w znacznym stopniu zubożać



The following failure modes were classified: cohesive (entirely within dentine or resin), mixed (at dentine/resin interface, including cohesive) and adhesive (at dentine/resin interface). For both tested adhesives, the application of subsequent layers resulted in an increase of the bond strength, whereas in the case of Adper Easy Bond the differences were statistically significant only for the thick smear layer. Based on the observations of the samples examined under the SEM, the authors found that the thickness of the smear layer had no effect on the thickness of the hybrid layer for any of the tested adhesives. Both adhesives, Clearfil S 3 Bond and Adper Easy Bond, formed a hybrid layer of similar thickness. For both adhesives, water droplets were found closed in the whole thickness of the resin, whereas for Clearfil S 3 Bond their accumulation was significantly higher, especially in the upper part of the adhesive layer. The presence of water droplets may cause hydrolysis of collagen fibres in the dentine and resin components, so these places were especially prone to fractures. Water droplets in the resin may be due to the difference in osmotic gradients between water-rich dentine and hydrophilic, poor in water resin (solvent evaporation).^{13,38}

If the hybrid layer is rich in HEMA, as is the case with Clearfil S 3 Bond, water can diffuse through it as it would through a semipermeable membrane, even after its polymerization.³⁹ In adhesives rich in HEMA, water reaches the border of the resin and the composite to form bubbles which adversely affect polymerization.

To conclude, the authors claim that the thickness of the smear layer has an effect on the bond strength of ultra-soft dentine adhesives and so they recommend multiple applications of these adhesives. *Chasqueira et al.*¹⁷ confirmed an increase in the bond strength of Adper Easy Bond with dentine for the smear layer of the intermediate thickness (obtained using the 320-grit SiC paper).

Hydrophobic resin as an additional layer

As mentioned above, the application of additional layers of hydrophobic resin could potentially improve the properties of self-

kwasowość ultra łagodnych systemów, wpływając na spadek wytrzymałości połączenia systemu wiążącego z zębina. Dlatego też *Belli* i wsp.¹⁶ zaproponowali aplikację większej liczby warstw ultra łagodnych systemów w celu zwielokrotnienia stężenia kwasowych monomerów oraz zwiększenia demineralizacji zębiny. Autorzy oceniali, testem mikrorozciągania (μ TBS), wpływ wielokrotnej aplikacji ultra łagodnych, jednoetapowych samotrawiących systemów wiążących Adper Easy Bond (3M ESPE) oraz Clearfil S 3 Bond (Kuraray) na wytrzymałość ich połączenia z zębina pokrytą warstwą mazistą o dużej oraz o małej grubości. Cienką warstwę mazistą uzyskiwano szlifując zębina papierem ściernym o nasypie 600, a grubą – 60. Po badaniu, oceniano przełomy próbek w mikroskopie skaningowym (SEM). Wyróżniano złamania kohezyjne (całkowicie w obrębie zębiny lub żywicy), mieszane (na granicy zębiny i żywicy, łącznie z kohezyjnym) oraz adhezyjne (na granicy zębiny i żywicy). Dla obu badanych systemów, aplikacja kolejnych warstw skutkowała wzrostem siły połączenia, przy czym w przypadku Adper Easy Bond różnice były istotne statystycznie wyłącznie dla grubej warstwy mazistej. Na podstawie obserwacji badanych próbek w SEM autorzy stwierdzili, iż grubość warstwy mazistej nie miała wpływu na grubość warstwy hybrydowej dla żadnego z badanych systemów. Oba systemy, Clearfil S 3 Bond oraz Adper Easy Bond, tworzyły warstwę hybrydową o podobnej grubości. W przypadku tych systemów stwierdzono również obecność kropelek wody zamkniętych w całej grubości żywicy, przy czym dla Clearfil S 3 Bond ich nagromadzenie było znacznie większe, szczególnie w górnej części warstwy adhezyjnej. Obecność kropelek wody przyczyniała się prawdopodobnie do hydrolizy zarówno włókien kolagenowych zębiny, jak i elementów składowych żywicy, dlatego tam też następowała większość złamań. Kropelki wody pojawiają się w żywicy prawdopodobnie na skutek różnicy gradientów osmotycznych pomiędzy bogatą w wodę zębina a hydrofilową, ubogą w wodę (po odparowaniu rozpuszczalnika) żywicą.^{13,38} Jeżeli tak jak w przypadku Clearfil S3 Bond warstwa hybrydowa bogata jest w HEMA, woda może przez nią dyfundować jak przez bło-

etch adhesives. Increasing the content of hydrophobic monomers and decreasing the relative concentration of solvent and hydrophilic monomers could reduce the diffusion of water through the hybrid layer and increase the thickness of the whole adhesive layer.

Ito et al.¹⁸ applied Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE) hydrophobic resin to a single, polymerized or not, layer of one-step self-etch iBond (Heraeus Kulzer) or Xeno III (Dentsply) adhesive. In all cases, this resulted in an increase in the tensile strength comparable to, or even higher than after the application of three layers of the adhesive. There was also the lower leakage than in a single layer of tested self-etch adhesives. While the results of their work seem to be promising, they have not been unequivocally confirmed by other authors, and appear to depend on the application of a particular adhesive. *Albuquerque* et al.¹⁹ applied one layer of self-etch one-step Adper Prompt L-Pop, Xeno III or G-Bond adhesive to dentine then a layer of hydrophobic Clearfil SE Bond resin and only thus prepared samples were polymerized. For Adper Prompt L-Pop this approach did not increase the tensile strength, in contrast to Xeno III and G-bond where the highest bond strength, even better than after two applications of the adhesive, was reported in the group where with additional hydrophobic resin application. On the other hand, *Chasqueira* et al.¹⁷ observed no increase in the shear strength when a single layer of the Adper Easy Bond (3M ESPE) adhesive was covered with hydrophobic Scotchbond 1XT (3M ESPE) resin.

Because none of the cited studies relate to the same adhesives, we can expect ambiguous conclusions, which result from differences in the composition and properties of individual adhesives.

Conclusions

The results of the cited studies can be compared only in terms of the qualitative description of the tested relationships. There is an apparent link between an increase of the bond strength between dentine and composite materials with multiple applications of self-etch adhesives. However, the most beneficial number of applied

nę półprzepuszczalną, nawet po jej polimeryzacji.³⁹ W systemach wiążących bogatych w HEMA, woda dociera do granicy żywicy i kompozytu, tworząc pęcherzyki, które wpływają negatywnie na polimeryzację. Podsumowując, autorzy stwierdzają, iż grubość warstwy mazistej ma wpływ na wytrzymałość połączenia ultra łagodnych systemów wiążących z zębina, jak również zalecają wielokrotną aplikację tych systemów. *Chasqueira* i wsp.¹⁷ potwierdzili wzrost wytrzymałości połączenia Adper Easy Bond z zębina dla warstwy mazistej o pośredniej grubości (uzyskanej za pomocą papieru ściernego o nasypie 320).

Hydrofobowa żywica jako dodatkowa warstwa

Jak już wspomniano, do poprawy właściwości systemów samotrawiących potencjalnie mogłaby przyczynić się aplikacja dodatkowej warstwy hydrofobowej żywicy. Zwiększenie zawartości hydrofobowych monomerów oraz spadek względnego stężenia rozpuszczalnika i hydrofilowych monomerów mogłoby skutkować ograniczeniem dyfuzji wody przez warstwę hybrydową, a także wzrostem grubości całej warstwy adhezyjnej.

Ito i wsp.¹⁸ aplikowali hydrofobową żywicę Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M ESPE) na pojedynczą, spolimeryzowaną bądź nie, warstwę samotrawiącego jednoetapowego systemu wiążącego iBond (Heraeus Kulzer) lub Xeno III (Dentsply). W każdym przypadku spowodowało to wzrost wytrzymałości na rozciąganie porównywalny lub nawet wyższy z aplikacją trzech warstw danego systemu. Uzyskano również mniejszy przeciek niż w przypadku pojedynczej warstwy badanych systemów samotrawiących. Choć wyniki ich pracy wydają się obiecujące, nie zostały jednoznacznie potwierdzone przez innych autorów i wydają się zależeć od zastosowania konkretnego systemu wiążącego. *Albuquerque* i wsp.¹⁹ nakładali na zębina jedną warstwę samotrawiącego jednoetapowego systemu Adper Prompt L-Pop, Xeno III lub G-Bond, a następnie warstwę hydrofobowej żywicy Clearfil SE Bond i dopiero tak przygotowane próbki polimeryzowali. Dla Adper Prompt L-Pop takie postępowanie nie spowodowało wzrostu wytrzymałości na rozciąganie, w przeciwieństwie do



Table 1. Recommended application method of self-etch adhesives according to the literature

Adhesive	Author of publication	Recommended number of applications of the adhesive material	
		Separate polymerization	Simultaneous polymerization
Tetric N-bond	Swathi et al.	2	
Adper Easy Bond	Chasqueira et al.		3
	Belli et al.		2
Clearfil S 3 Bond	Belli et al.		2
	Belli et al.		2
Clearfil SE Bond	De Silva et al.	1=2	
	Albuquerque et al.		1=2
	Ito et al.	3	3
Xeno III	Nakaoki et al.		1=2
	Albuquerque et al.		1=2
Xeno IV	Elkassas et al.	2	2
G-Bond	Elkassas et al.	2	2
	Albuquerque et al.		1=2
Adhe SE	Mandava et al.		2
iBond	Ito et al.	2	
			3
Adper Prompt	De Silva et al.	1=2	
	Pashley et al.	2	
Adper Prompt L-Pop	Nakaoki et al.		1=2
	Albuquerque et al.		2
REACTMER BOND	Nakaoki et al.		1=2

layers, including the thickness of the adhesive layer,³⁰ depends on individual characteristics of a given adhesive. Differences in the composition of the tested adhesives also have an impact on the discrepancies in the results. The summary of the results of cited studies is presented in Table 1.

It is not possible to compare absolute values of the results obtained by the authors of the cited research due to the differences in study protocols,

Xeno III oraz G-Bond, dla których największą wytrzymałość połączenia, wyższą nawet niż przy podwójnej aplikacji danego systemu, stwierdzono w grupie, w której dodatkowo aplikowana była hydrofobowa żywica. Z kolei Chasqueira i wsp.¹⁷ nie stwierdzili wzrostu wytrzymałości na ścinanie w przypadku pokrycia pojedynczej aplikacji systemu Adper Easy Bond (3M ESPE) hydrofobową żywicą Scotchbond 1XT (3M ESPE).

which include, among others, test methods, composite materials, testing apparatus and the type of stress tests: micro- and macrotensile tests (μ TBS, TBS), and micro- and macroshear tests (μ SBS, SBS). Although the Academy of Dental Materials issued guidelines in 2011⁴⁰ on the patterns of bond strength tests, they are still rarely used.

Bearing in mind the literature data and differences in the composition of certain adhesives, we should determine an individual method of application and the number of layers for each adhesive. Based on the results of laboratory tests, we can conclude that in the majority of adhesives, the application of two or three layers may increase the bond strength of self-etch adhesives to dentine.

Ponieważ żadne z przytoczonych badań nie dotyczyły tych samych systemów wiążących, można spodziewać się, iż niejednoznaczne wnioski wynikają z różnic w składzie oraz właściwości poszczególnych systemów.

Wnioski

Wyniki cytowanych badań można porównać jedynie w zakresie jakościowego opisu badanych zależności. Widoczna jest korzystna zależność wzrostu wytrzymałości połączenia materiałów kompozytowych z zębina wraz z wielokrotną aplikacją samotrawiącego systemu wiążącego. Jednak od indywidualnych właściwości danego systemu zależy najbardziej korzystna liczba aplikowanych warstw, a więc i grubość warstwy adhezyjnej.³⁰ Różnice w składzie badanych systemów wiążących również mają wpływ na rozbieżności w otrzymanych wynikach. Zestawienie wyników cytowanych badań zostało przedstawione w tabeli 1.

Nie jest możliwe porównanie bezwzględnych wartości wyników uzyskanych przez autorów cytowanych badań, ze względu na różnice w protokołach badawczych, które obejmują między innymi metody badań, stosowane materiały kompozytowe, aparaturę testującą oraz rodzaj testów wytrzymałościowych: testy mikro- i makro- rozciągania (μ TBS, TBS) oraz mikro- i makro- ścinania (μ SBS, SBS). Pomimo, iż The Academy of Dental Materials wydała w 2011 roku wytyczne,⁴⁰ dotyczące schematów przeprowadzania badań wytrzymałościowych, wciąż są one rzadko stosowane.

Mając na uwadze zarówno wyniki badań pochodzących z piśmiennictwa, jak i różnice w składzie poszczególnych systemów wiążących, należy określić indywidualną metodę aplikacji oraz liczbę warstw dla każdego z tych systemów. Na podstawie przytoczonych wyników badań laboratoryjnych można stwierdzić, że dla większości badanych systemów wiążących aplikacja dwóch lub trzech warstw może przyczynić się do wzrostu wytrzymałości połączenia samotrawiących systemów wiążących z zębina.



References

1. *Buonocore MG*: A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955; 34: 849-853.
2. *Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M*: Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res* 1979; 58: 1364-1370.
3. *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.
4. *Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E*: The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res* 1982; 16: 265-273.
5. *Peumans M, Kanumilli P, De Munck J, Van Landuyt K, Lambrechts P, Van Meerbeek B*: Clinical effectiveness of contemporary adhesives: a systematic review of current clinical trials. *Dent Mater* 2005; 21: 864-881.
6. *Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al.*: Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28: 215-235.
7. *Van Landuyt KL, Mine A, De Munck J, Jacques S, Peumans M, Lambrechts P, et al.*: Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifactorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2009; 11: 175-190.
8. *Sadek FT, Goracci C, Cardoso PE, Tay FR, Ferrari M*: Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent* 2005; 7: 297-302.
9. *Tay FR, Pashley DH, Yoshiyama M*: Two modes of nanoleakage expression in single-step adhesives. *J Dent Res* 2002; 81: 472-476.
10. *Tay FR, King NM, Chan KM, Pashley DH*: How can nanoleakage occur in self-etching adhesive systems that demineralize and infiltrate simultaneously? *J Adhes Dent* 2002; 4: 255-269.
11. *Suppa P, Breschi L, Ruggeri A, Mazzotti G, Prati C, Chersoni S, et al.*: Nanoleakage within the hybrid layer: a correlative FEISEM/TEM investigation. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005; 73: 7-14.
12. *Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, et al.*: Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials* 2007; 28: 3757-3785.
13. *Tay FR, Pashley DH, Suh B, Carvalho R, Miller M*: Single-step, self-etch adhesives behave as permeable membranes after polymerization. Part I. Bond strength and morphologic evidence. *Am J Dent* 2004; 17: 271-278.
14. *Van Landuyt KL, De Munck J, Snauwaert J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al.*: Monomer-solvent phase separation in one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2005; 84: 183-188.
15. *Moszner N, Salz U, Zimmermann J*: Chemical aspects of self-etching enamel-dentin adhesives: a systematic review. *Dent Mater* 2005; 21: 895-910.
16. *Belli R, Sartori N, Peruchi LD, Guimarães JC, Vieira LC, Baratieri LN, et al.*: Effect of multiple coats of ultra-mild all-in-one adhesives on bond strength to dentin covered with two different smear layer thicknesses. *J Adhes Dent* 2011; 13: 507-516.
17. *Chasqueira AF, Arantes-Oliveira S, Portugal J*: Effect of changes to the manufacturer application techniques on the shear bond strength of simplified dental adhesives. *J Appl Biomater Funct Mater* 2013; 11: 117-121.
18. *Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito, Brackett WW, et al.*: Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent* 2005; 7: 133-141.
19. *Albuquerque M, Pegoraro M, Mattei G, Reis A, Loguercio AD*: Effect of double-application or the application of a hydrophobic layer for improved efficacy of one-step self-etch systems in enamel and dentin. *Oper Dent* 2008; 33: 564-570.
20. *De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, et al.*: A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res* 2005; 84: 118-132.
21. *Frankenberger R, Perdigão J, Rosa BT, Lopes M*: "No-bottle" vs "multi-bottle" dentin adhesives—a microtensile bond strength and morphological study. *Dent Mater* 2001; 17: 373-380.
22. *Brackett WW, Ito S, Tay FR, Haisch LD, Pashley DH*: Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent* 2005; 30: 733-738.
23. *Van Landuyt KL, Peumans M, De Munck J, Lambrechts P, Van Meerbeek B*: Extension of a one-step self-etch adhesive into a multi-step adhesive. *Dent Mater* 2006; 22: 533-544.

24. *Ausiello P, Apicella A, Davidson CL*: Effect of adhesive layer properties on stress distribution in composite restorations--a 3D finite element analysis. *Dent Mater* 2002; 18: 295-303.
25. *Mandava D, P A, Narayanan LL*: Comparative evaluation of tensile bond strengths of total-etch adhesives and self-etch adhesives with single and multiple consecutive applications: An in vitro study. *J Conserv Dent* 2009; 12: 55-59.
26. *Kaczmarek A, Sokółowska J, Sokółowski J*: Wpływ ilości aplikowanych warstw systemu wiążącego 5. generacji na wytrzymałość połączenia materiału kompozytowego z zębina. *Dent Forum* 2011; 39: 15-20.
27. *Gwinnett AJ*: Moist versus dry dentin: its effect on shear bond strength. *Am J Dent* 1992; 5: 127-129.
28. *Carvalho RM, Mendonça JS, Santiago SL, Silveira RR, Garcia FC, Tay FR, et al.*: Effects of HEMA/solvent combinations on bond strength to dentin. *J Dent Res* 2003; 82: 597-601.
29. *Swathi A, Jayaprakash T, Chandrasekhar V*: Effect of single and multiple consecutive applications of all-in-one adhesive on tensile bond strength to dentin. *J Interdiscip Dentistry* 2014; 4: 81-84.
30. *Zheng L, Pereira PN, Nakajima M, Sano H, Tagami J*: Relationship between adhesive thickness and microtensile bond strength. *Oper Dent* 2001; 26: 97-104.
31. *de Silva AL, Lima DA, de Souza GM, dos Santos CT, Paulillo LA*: Influence of additional adhesive application on the microtensile bond strength of adhesive systems. *Oper Dent* 2006; 31: 562-568.
32. *Pashley EL, Agee KA, Pashley DH, Tay FR*: Effects of one versus two applications of an unfilled, all-in-one adhesive on dentine bonding. *J Dent* 2002; 30: 83-90.
33. *Nakaoki Y, Sasakawa W, Horiuchi S, Nagano F, Ikeda T, Tanaka T, et al.*: Effect of double-application of all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Dent* 2005; 33: 765-772.
34. *Elkassas D, Taher HA, Elsahn N, Hafez R, El-Badrawy W*: Effect of the number of applications of acetone-based adhesives on microtensile bond strength and the hybrid layer. *Oper Dent* 2009; 34: 688-696.
35. *Ermis RB, De Munck J, Cardoso MV, Coutinho E, Van Landuyt KL, Poitevin A, et al.*: Bond strength of self-etch adhesives to dentin prepared with three different diamond burs. *Dent Mater* 2008; 24: 978-985.
36. *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.
37. *Yiu CK, Hiraishi N, King NM, Tay FR*: Effect of dentinal surface preparation on bond strength of self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2008; 10: 173-182.
38. *Van Landuyt KL, Snauwaert J, De Munck J, Coutinho E, Poitevin A, Yoshida Y, et al.*: Origin of interfacial droplets with one-step adhesives. *J Dent Res* 2007; 86: 739-744.
39. *Chersoni S, Suppa P, Grandini S, Goracci C, Monticelli F, Yiu C, et al.*: In vivo and in vitro permeability of one-step self-etch adhesives. *J Dent Res* 2004; 83: 459-464.
40. *Roeder L, Pereira PN, Yamamoto T, Ilie N, Armstrong S, Ferracane J*: Spotlight on bond strength testing--unraveling the complexities. *Dent Mater* 2011; 27: 1197-1203.

92-213 Łódź, ul. Pomorska 251
Tel +4842 6757461
e-mail: barbara.lapinska@umed.lodz.pl

Received: 21st July 2015
Accepted: 24th December 2015