

# Aspectos morfológicos e resistência ao cisalhamento em função dos condicionantes de esmalte e dentina

MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI\*, MURILO BAENA LOPES\*\*, ALYSSON NORIYUKI KAJISHIMA KONNO\*\*\*, LOURENÇO CORRER SOBRINHO\*, SIMONIDES CONSANI\*

## RESUMO

O propósito deste estudo foi avaliar o aspecto morfológico da superfície do esmalte e dentina após vários tratamentos superficiais e também a influência do condicionamento ácido nos valores de resistência ao cisalhamento do *primer* condicionante Etch&Prime 3.0. Inicialmente, desgastaram-se 50 dentes, sendo 25 em esmalte e 25 em dentina. Cada grupo foi dividido em 5 subgrupos de acordo com o tratamento: 1) condicionamento com ácido fosfórico a 35% por 15s. ; 2) condicionamento com ácido maléico a 10% por 15s. ; 3) aplicação do *primer* condicionante Etch&Prime 3.0; 4) aplicação do “*primer*” condicionante Solist; e, 5) o esmalte e dentina foram mantidos hígidos (controle). Após, foram observados em M.E.V., onde observou-se que o ácido fosfórico apresentou maior dissolução em esmalte e remoção da *smear layer* em dentina, seguido pelo maléico e pelos sistemas condicionantes Solist e Etch&Prime 3.0. Posteriormente, 40 dentes tiveram as faces vestibulares desgastadas até se obter superfície plana de 5mm, sendo 20 em esmalte e 20 em dentina. Dividiram-se as amostras em 4 grupos, de acordo com o tratamento superficial: 1) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0; 2) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0 foi aplicado no esmalte condicionado com ácido fosfórico; (3) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0; e, 4) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0 foi aplicado na dentina condicionada com ácido fosfórico a 35%. Após, confeccionou-se um cilindro do composto Z-100 na área tratada para submeter os corpos-de-pro-

va ao ensaio de cisalhamento. Verificou-se que o Etch&Prime 3.0 apresentou, tanto em esmalte quanto em dentina, valores maiores de cisalhamento quando tratados previamente com ácido fosfórico.

## UNITERMOS

Sistemas adesivos, morfologia, esmalte, dentina, soluções ácidas.

SINHORETI, M.A.C. et al. Morphologic aspects and shear bond strength in function of enamel and dentin conditioners. *Pós-Grad. Rev. Fac. Odontol. São José dos Campos*, v.3, n.1, p. , jan./jun. 2000.

## ABSTRACT

*This study evaluated the morphological aspects of the enamel and dentin surfaces after surface treatments and the influence of Etch&Prime 3.0 etching on shear bond strength values. Fifty teeth were ground, being 25 in enamel and 25 in dentin. Each group was divided in 5 subgroups, according to surface treatment: 1) 35% phosphoric acid (15 seconds); 2) 10% maleic acid (15 seconds); 3) Etch&Prime 3.0 self-etching primer; 4) Solist self-etching primer; 5) enamel and*

\* Departamento de Odontologia Restauradora - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP – 13.414-900 – Piracicaba – SP – sinhoret@fop.unicamp.br

\*\* Estagiário da Área Materiais Dentários da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP - 13.414-900 – Piracicaba - SP

\*\*\* Aluno de Pós-Graduação da Área Materiais Dentários (Nível Mestrado) da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, UNICAMP - 13.414-900 – Piracicaba - SP

*dentin was maintained intact (control). The SEM analysis showed that the 35% phosphoric acid dissolved more enamel and removed more smear layer in dentin than maleic acid, Solist and Etch&Prime 3.0 self-etching primers. After, 40 teeth had the vestibular surfaces ground to obtain a 5mm plane surface, being 20 in enamel and 20 in dentin. The samples were divided in 4 groups, according to surface treatment: 1) Etch&Prime 3.0 self-etching primer in enamel surface; 2) Etch&Prime 3.0 self-etching primer in pre-etching enamel surface with phosphoric acid; 3) Etch&Prime 3.0 self-etching primer in dentin surface; 4) Etch&Prime 3.0 self-etching primer in pre-etching dentin surface with 35% phosphoric acid. After, a Z-100 composite cylinder was made in the treated area to submit the samples to a shear bond test. It was verified that the Etch&Prime3.0, as enamel as dentin, showed the high shear bond values when previous phosphoric acid etching was realized.*

## UNITERMS

*Adhesive systems, enamel and dentin surfaces, acid solutions.*

## INTRODUÇÃO

Desde 1955 as superfícies de esmalte vêm sendo tratadas com ácido ortofosfórico, a fim de se obter melhor união entre superfície de esmalte e compósito, segundo conceito proposto por Buonocore<sup>5</sup>.

O processo de condicionamento causa dissolução seletiva dos prismas de esmalte e periferias, resultando em microporosidades penetradas pela resina fluida, onde após a polimerização, produz união mecânica ao esmalte. Este procedimento praticamente elimina os microporos formados pelo condicionamento na interface dente/restauração<sup>24</sup>.

Silverstone<sup>27</sup>, em 1974, verificou que o ácido fosfórico numa concentração entre 30-40% promove microporosidades na superfície de esmalte, propícias à penetração e retenção da resina fluída. Entretanto, concentrações maiores que 50% resultam numa formação de fosfato monoácido monohidratado sobre a superfície condicionada que pode levar a baixos valores de união. Já, em concentrações não menores que 10%, o ácido fosfórico não produz efeitos adversos na força de união<sup>7,11</sup>.

O tempo de condicionamento utilizado no esmalte pela maioria dos clínicos com o ácido fosfórico era de 60 segundos. Entretanto, tem sido demonstrado que 15 segundos são suficientes para a superfície de esmalte apresentar morfologia e re-

sistência de união semelhantes ao obtido em 60 segundos<sup>2</sup>.

Esse procedimento de condicionamento ácido também foi sugerido em dentina, devido ao sucesso obtido em esmalte. Entretanto, como os primeiros sistemas de união possuíam resinas hidrófobas na composição, os resultados não foram similares aos obtidos em esmalte<sup>25</sup>. Posteriormente, foram desenvolvidos sistemas de união, nos quais havia a incorporação de agentes condicionadores de dentina e constituintes monoméricos hidrófilos. Dessa forma, caracterizaram-se por realizar um tratamento específico na *smear layer*, podendo modificar ou removê-la. Com isso, os valores absolutos de resistência à união foram aumentados, a despeito do procedimento ter sido acompanhado pela complexidade técnica e variação da composição química de cada material<sup>23</sup>.

Com a incorporação de monômeros hidrófilos nos sistemas de união, passou-se novamente a condicionar o esmalte e dentina simultaneamente. Fusayama<sup>8</sup>, em 1979, conseguiu valores de resistência de união satisfatórios em dentina condicionada com ácido fosfórico. Kanca<sup>15</sup> e Gwinnett e Kanca<sup>13</sup> também verificaram o fato, quando condicionaram esmalte e dentina simultaneamente. Esses sistemas introduziram modificações na composição química do adesivo e no agente usado para preparar a superfície dentinária (*primer*), cujo objetivo era aumentar a capacidade de umedecimento da superfície da dentina pelo adesivo. Além disso, são diferentes os tipos e as concentrações do ácido condicionador, como o ácido fosfórico a 10 e 35% e o ácido maléico a 10%, onde o tempo de aplicação desses ácidos foi reduzido a 15-30 segundos para simplificar os procedimentos de união. A aplicação desses agentes condicionantes à superfície dentinária resulta numa remoção parcial ou total da *smear layer*, abrindo total ou parcialmente a entrada dos túbulos dentinários e causando a desmineralização da dentina peri e intertubular<sup>31</sup>.

Recentemente foram introduzidos no mercado os sistemas de união denominados *primers* condicionantes, com a finalidade de condicionar o esmalte e/ou dentina e penetrar além da superfície, unindo o substrato dental ao material restaurador polimérico.

O objetivo deste estudo foi observar o aspecto morfológico da superfície do esmalte e dentina em

função dos condicionadores ácidos e *primers* condicionantes. Além disso, propõe também verificar o efeito do condicionamento sobre a resistência ao cisalhamento desses *primers* condicionantes.

## MATERIAIS E MÉTODOS

### ANÁLISE DA SUPERFÍCIE EM MICROSCOPIA ELETRÔNICA DE VARREDURA

Vinte e cinco dentes humanos do grupo molares recém-extraídos foram armazenados em soro fisiológico pelo período máximo de trinta dias até o início do experimento. Os dentes tiveram suas raízes removidas e as coroas seccionadas no sentido vestibulo-lingual. Após, as hemi-superfícies vestibulares foram desgastadas com lixas d'água de granulação 180, 400 e 600, a fim de se obter superfícies planas em esmalte e dentina.

As vinte e cinco hemi-superfícies de cada grupo (esmalte ou dentina) foram divididas em cinco subgrupos de cinco amostras cada, de acordo com o tratamento superficial realizado: a) condicionamento com ácido fosfórico a 35% (Scotchbond Etching Gel, 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA) por 15 segundos; b) condicionamento com ácido maléico a 10% (Scotchbond Multi-Purpose Etching Gel, 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA) por 15 segundos; c) aplicação do *primer* condicionante Etching & Prime 3.0 (Degussa-Huls, Divisão Dental Ltda, Guarulho, SP, Brasil); d) aplicação do *primer* condicionante Solist (DMG – Hamburg, Hamburg, Germany); e) o esmalte e a dentina foram mantidos hígidos (controle). Após o tratamento recebido, todas as amostras foram lavadas com jato de ar-água por 15 segundos e deixadas secar em temperatura ambiente.

Em seguida, as amostras foram fixadas em suportes metálicos utilizando cola de secagem rápida (Superbonder, Loctite) e cobertas com uma camada de liga de ouro/paládio em metalizador (SCD-050, Balzers, Germany), para análise em microscopia eletrônica de varredura, sob alto vácuo, num microscópio eletrônico de varredura (DSM 940-A, Carl Zeiss, Germany) operado a 10 kV. As fotomicrofotografias eletrônicas de varredura foram feitas em áreas representativas das superfícies mais frequentemente observadas.

## ENSAIO DE RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO

Na segunda parte do experimento, quarenta dentes tiveram as raízes seccionadas e as coroas dentárias incluídas em tubos plásticos com resina acrílica ativada quimicamente, com a face vestibular exposta. As amostras foram divididas em dois grupos de vinte amostras cada. No primeiro grupo, a face vestibular foi desgastada numa politriz vertical (P.F. Dujardin & Co., Dusseldorf, Germany) com lixas d'água de granulações 180, 400 e 600, respectivamente, até obter uma área plana de 5mm de diâmetro na superfície do esmalte. No outro grupo, o mesmo procedimento foi feito na superfície da dentina. Após a preparação da superfície dental, uma fita adesiva circular com orifício central de 4mm de diâmetro foi aderida no esmalte ou dentina, com a finalidade de delimitar a área onde se efetuará a união adesivo-material restaurador.

As amostras de cada grupo foram divididas em dois subgrupos de 10 amostras cada, de acordo com o tratamento superficial recebido: a) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0 (Degussa-Huls, Divisão Dental Ltda, Guarulho, SP, Brasil) foi aplicado na superfície do esmalte seguindo as instruções do fabricante; b) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0 foi aplicado no esmalte condicionado previamente com ácido fosfórico a 35% (Scotchbond Etching Gel, 3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA); c) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0 foi aplicado na superfície da dentina seguindo as instruções do fabricante; d) o *primer* condicionante Etch & Prime 3.0 foi aplicado na dentina condicionada previamente com ácido fosfórico a 35%.

Após o tratamento superficial, o compósito restaurador Z100 (3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA) foi inserido numa matriz de aço inoxidável (4mm de diâmetro por 5mm de altura) adaptada sobre a área delimitada pela fita adesiva, em três camadas, cada uma polimerizada durante 40 segundos, com o aparelho fotopolimerizador XL 3000 (3M Dental Products Division, St. Paul, MN, USA), com intensidade de luz de 530 mW/cm<sup>2</sup>. Os corpos-de-prova foram imersos em água destilada e armazenados a 37°C durante 24 horas, quando foram submetidos ao ensaio de cisalhamento numa máquina de testes universal Instron, com velocidade de 0,5mm/min, até a ruptura da união dente-material restaurador.

## RESULTADOS

### ENSAIO DE RESISTÊNCIA DA UNIÃO AO CISALHAMENTO

Os valores originais obtidos no ensaio de resistência ao cisalhamento da união do material Etch&Prime 3.0 ao esmalte e dentina, após cada tratamento superficial, foram submetidos à análise de variância e ao teste de Tukey ao nível de 5% de probabilidade, e estão apresentados na Tabela 1 e na Figura 1.

### ANÁLISE MORFOLÓGICA DA SUPERFÍCIE DO ESMALTE E DENTINA APÓS OS DIFERENTES TRATAMENTOS SUPERFICIAIS.

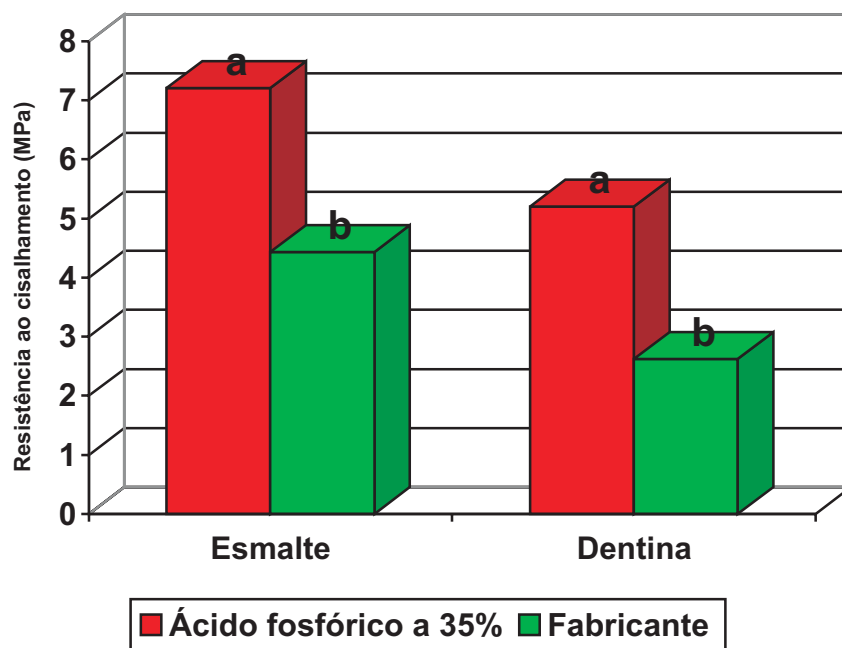
Fotomicrografias eletrônicas de varredura, representativas de cada grupo, feitas nas superfícies do esmalte e dentina, em 500 vezes de aumento, após o condicionamento com ácido fosfórico a 35%, ácido maléico a 10%, aplicação do produto Etch&Prime 3.0, aplicação do produto Solist e superfície sem tratamento, podem ser vistas nas Figuras 2 a 11.

**Tabela 1 - Valores médios de resistência ao cisalhamento para o produto Etch&Prime 3.0 após os tratamentos superficiais (MPa).**

Tratamento superficial	Esmalte		Dentina	
	Média	(Desvio Padrão)	Média	(Desvio Padrão)
Ácido Fosfórico 35%	7,21 a	(1,20)	5,20 a	(1,22)
Fabricante	4,43 b	(0,93)	2,62 b	(0,83)

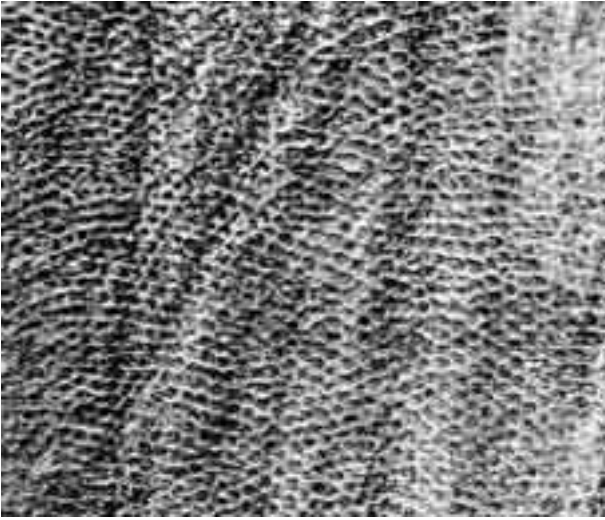
( ) Desvio Padrão

Médias seguidas por letras distintas na coluna diferem entre si ao nível de 5% de probabilidade, pelo Teste de Tukey



**FIGURA 1** – Ilustração gráfica dos valores de resistência ao cisalhamento para o produto Etch&Prime 3.0 com os diferentes tratamentos, em esmalte e dentina (MPa).





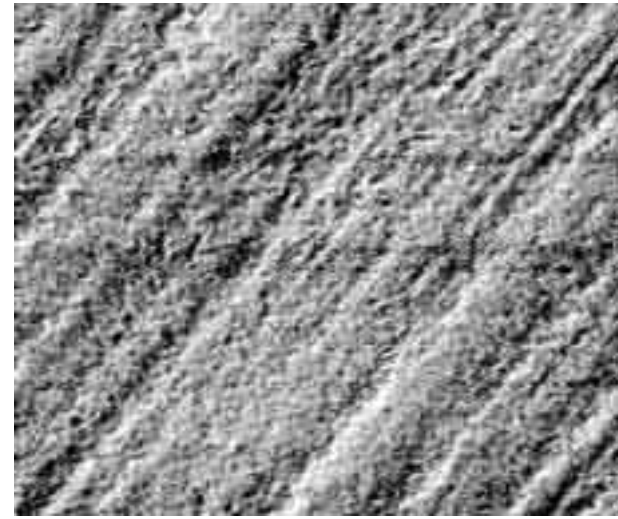
**FIGURA 2** - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido fosfórico a 35% (500X).



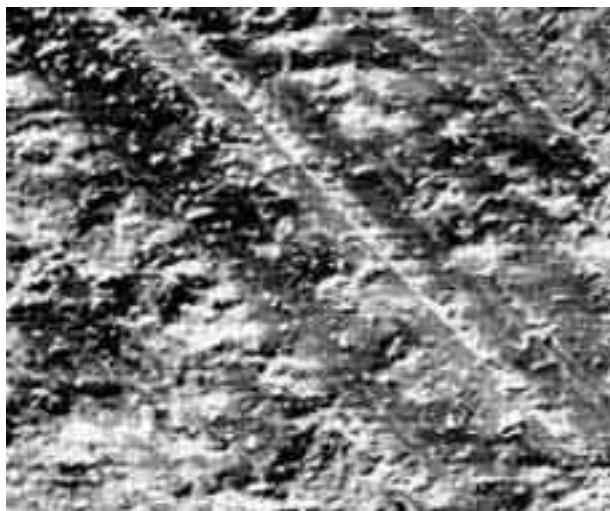
**FIGURA 3** - Aspecto morfológico da superfície do esmalte condicionado com ácido maléico a 10% (500X).



**FIGURA 4** - Aspecto morfológico da superfície do esmalte após a aplicação do produto Etch&Prime 3.0 (500X).



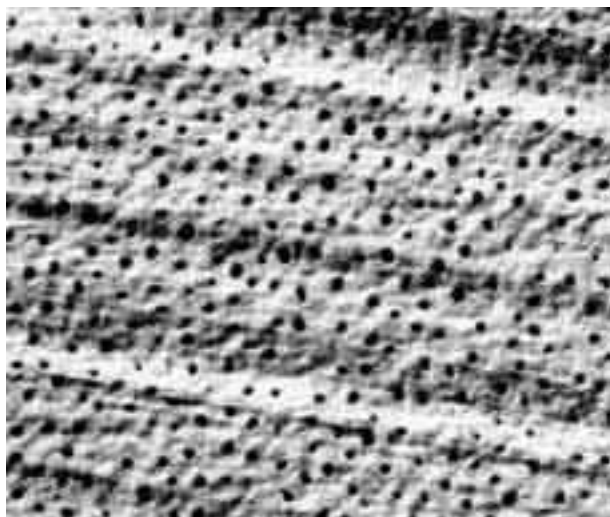
**FIGURA 5** - Aspecto morfológico da superfície do esmalte após a aplicação do produto Solist (500X).



**FIGURA 6** - Aspecto morfológico da superfície do esmalte hígido (500X).



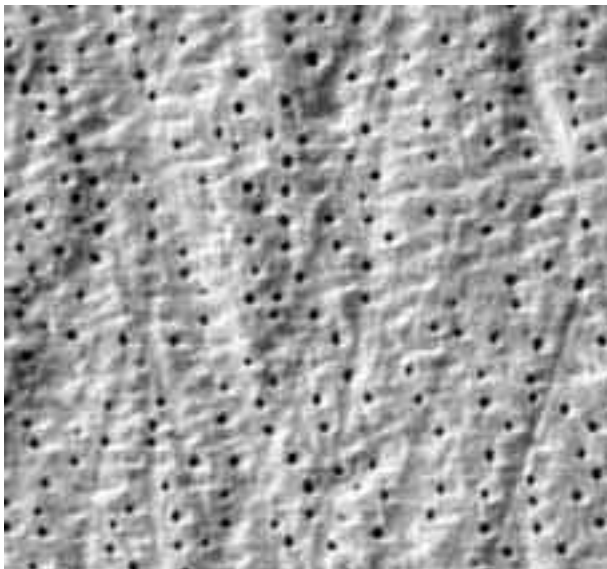
**FIGURA 7** - Aspecto morfológico da superfície da dentina hígida (500X).



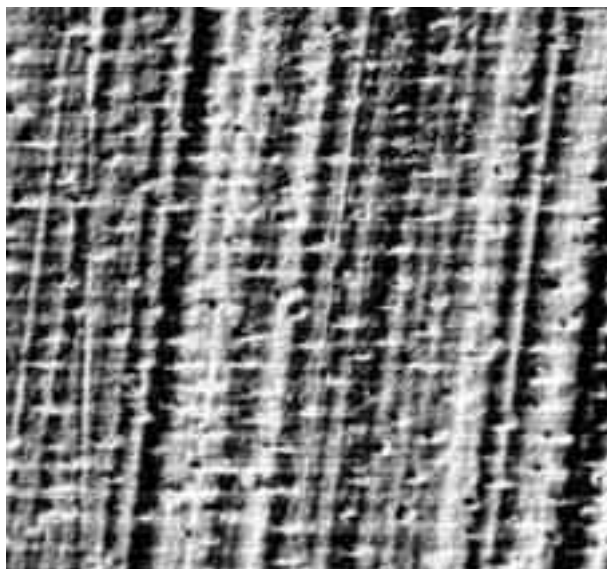
**FIGURA 8** - Aspecto morfológico da superfície da dentina condicionada com ácido fosfórico a 35% (500X).



**FIGURA 9** - Aspecto morfológico da superfície da dentina condicionada com ácido maléico a 10% (500X).



**FIGURA 10** - Aspecto morfológico da superfície da dentina após a aplicação do produto Etch&Prime 3.0 (500X).



**FIGURA 11** - Aspecto morfológico da superfície da dentina após a aplicação do produto Solist (500X).

## DISCUSSÃO

A finalidade do condicionamento ácido da estrutura dental é remover detritos e aumentar a energia da superfície, promovendo também porosidade e transformando a superfície tratada num substrato poroso, propício à penetração da resina fluída<sup>1</sup>. Desde as primeiras descrições da penetração das resinas fluídas na superfície dental condicionada<sup>12</sup>, tem sido sugerido que a força de união da mesma aumenta em função do grau de penetração. Mais tarde, Busscher et al.<sup>6</sup> e Legler et al.<sup>17</sup> verificaram que o aumento da energia de superfície do esmalte condicionado, bem como do aumento também da porosidade, era mais importante do que a profundidade de penetração da resina à estrutura dental.

Neste estudo, observou-se que, no esmalte, o ácido fosfórico a 35% aplicado por 15 segundos (Figura 2), apresentava maior poder de dissolução dos prismas de esmalte do que o ácido maléico a 10% por 15 segundos (Figura 3). Em dentina, observou-se também que o ácido fosfórico a 35% mostrou padrão de condicionamento mais efetivo do que o ácido maléico a 10%, com remoção total dos *plugs* de *smear layer* da entrada dos túbulos dentinários, e aumento do diâmetro da entrada desses túbulos. No entanto, estudo anterior demonstrou que a eficiência do ácido maléico a 10% é a

mesma do ácido fosfórico a 35% quando este era aplicado por 1 minuto<sup>30</sup>. Apesar dos ácidos com pKa mais baixo (maléico - 1,8) tenderem a apresentar maior poder de dissolução que os de pKa mais elevado (fosfórico - 2,1), as constantes de dissolução e o fator tempo não são considerados. O ácido maléico tem origem orgânica, portanto, as moléculas são maiores e mais pesadas que os de origem mineral, como o ácido fosfórico. Com isso, a união dos grupos carboxila na superfície do esmalte e dentina é dificultada devido a diminuição da reação cinética<sup>10</sup>. No entanto, Holtan et al.<sup>14</sup> demonstram que a menor desmineralização promovida pelo ácido maléico a 10% durante 15 segundos é suficiente quando se usa o sistema adesivo Scotchbond Multi-Purpose, que ao ser utilizado com ácidos minerais, como com o ácido fosfórico a 35%, perde, em parte, a efetividade.

Os condicionantes atuais usados conjuntamente com os sistemas adesivos são ácidos fracos, sendo utilizados por períodos curtos de tempo<sup>3, 4, 26</sup>. Isso ajuda prevenir a perda de flúor da superfície de esmalte, a desnecessária contaminação dos substratos vizinhos e permite procedimentos clínicos mais curtos. Além disso, evita-se excesso de desmineralização superficial com conseqüente perda da união<sup>19, 20</sup>.

Recentemente, foram desenvolvidos sistemas adesivos condicionantes, caracterizados pelo au-



## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. BARKMEIER, W.W., GWINNETT, Q.J., SHAFFER, S.E. Effects of reduced acid concentration and etching time on bond strength and enamel morphology. *J. Clin. Orthod.*, v.21, n.6, p.395-8, 1987.
2. BARKMEIER, W.W., SHAFFER, S.E., GWINNETT, A.J. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. *Oper. Dent.*, v.11, p.111-6, 1986.
3. BASTOS, P.A.M., RETIEF, D.H., BRADLEY, E.R. et al. Effects of etch duration on the shear bond strength of a microfill composite resin-enamel bond strength. *Am. J. Dent.*, v.1, p.151-7, 1988.
4. BLOSSER, R.L. Time dependence of 2,5% nitric acid solution as an etchant on human dentin and enamel. *Dent. Mat.*, v.6, p.83-7, 1990.
5. BUONOCORE, M.G. A simple method for increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J. Dent. Res.*, v.34, n.6, p.849-853, Dec. 1955.
6. BUSSCHER, H.J., RETIEF, D.H., ARENDS, J. Relationship between surface free energies of dental resins and bond strengths. *Dent. Mater.*, v.3, p.60-63, 1987.
7. CHOW, L.C., BROWN, W.E. Phosphoric acid conditioning of teeth for pit and fissure sealants. *J. Dent. Res.*, v.52, p.1158, 1973.
8. FUSAYAMA, T. Non-pressure restorative adhesive system. *J. Dent. Res.*, v.58, p.1364-70, 1979.
9. GILPATRICK, R.O., ROSS, J.A., SIMINSEN, R.J. Resin-to-enamel bond strengths with various etching times. *Quintessence Int.*, v.22, p.47-9, 1991.
10. GOES, M.F. et al. Morphological effect of the type, concentration and etching time of acid solutions on enamel and dentin surfaces. *Braz. Dent. J.*, v.9, n.1, p.3-10, 1998.
11. GOTTLIEB, E.W., RETHIEF, D.H., JAMISON, H.C. An optimal concentration of phosphoric acid as an etching agent. Part I: Tensile bond strength studies. *J. Prosthet. Dent.*, v.48, p.48-51, 1982.
12. GWINNETT, A.J., BUONOCORE, M.G. Adhesives and caries prevention: A preliminary report. *Br. Dent. J.*, v.119, p.77-80, 1965.
13. GWINNETT, A.J., KANCA, J. Micromorphological relationship between resin and dentin in vivo and in vitro. *Am. J. Dent.*, v.5, p.19-23, 1992.
14. HOLTAN, J.R., NYSTROM, G.P., PHELPS, R.A., ANDERSON, T.B., BECKER, W.S. Influence of different etchants and etching times on shear bond strength. *Oper. Dent.*, v.20, p.94-9, 1995.
15. KANKA, J., A method for bonding to tooth structure using phosphoric acid as a dentin-enamel conditioner. *Quintessence Int.*, v.22, p.285-90, 1991.
16. LEGLER, L.R., RETIEF, D.H., BRADLEY, E.L., et al. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on the shear bond strength of an orthodontic bonding resin to enamel: An in vivo study. *Am J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, v.96, p.485-92, 1989.
17. LEGLER, L.R., RETIEF, D.H., BRADLEY, E.R. Effects of phosphoric acid concentration and etch duration on enamel depth of etch: An in vitro study. *Am. J. Orthod. Dentofac. Orthop.*, v.98, p.154-60, 1990.
18. MYASAKI, M., et al. Influence of self-etching primer drying time on enamel bond strength of resin composites. *J. Dent.*, v.27, p.203-07, 1999.
19. NAKABAYASHI, N. Adhesive dental material In: Okabe, T., Takahashi, S. (Ed.), *Transactions of the International Congress on Dental Materials*. p70-9, 1989.
20. PASHLEY, D.H., HORNER, J.A., BREWER, P.D. Interactions of conditioners on the dentin surface. *Oper. Dent.*, v.5, suppl. p.137-50, 1992.
21. PASHLEY, D.H. et al. Dentin, a dynamic bonding substrate: the effects of dentin variables on resin adhesion. In: SHIMONO M., T. et al. (Ed.) *Dentin/pulp complex*, Quintessence, p.11-21, 1996.
22. PERDIGÃO, J., DENEHY, G.E., SWIFT, E.J. Silica contamination of etched dentin and enamel surfaces: A scanning electron microscopic and bond strength study. *Quintessence Int.*, v.25, p.327-33, 1994.
23. PHILLIPS, R.W. *Skinner's science of dental materials*. 9 ed., W.B. Saunders, p.215-48., 1991.
24. RETIEF, D.H., WOODS, E., SWIFT JUNIOR, E.J., Effect of cavosurface treatment on marginal leakage in class V composite resin restorations. *J. Prosthet. Dent.*, v.47, p.496-501, 1982.
25. RIDER, M., TANNER, A.M., KENNEY, B. Investigation of adhesive properties of dental composite materials using an improved tensile test procedure and scanning electron microscopy. *J. Prosthet. Dent*, v.56, p. 368-78, 1978.
26. SHAFFER, S.E., BARKMEIER, W.W., KELSEY, W.P. Effects of reduced acid conditioning time on enamel microleakage. *Gen. Dent.*, v.35, p.278-80, 1987.
27. SILVERSTONE, L.M. Fissure sealants: laboratory studies. *Caries Res.*, v.8, p.2-12, 1974.
28. SINHORETI, M.A.C. *Influência do tipo de carregamento sobre a resistência da união ao cisalhamento da interface dentina-resina*. Tese (Doutorado em Materiais Dentários) - Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, 1997.
29. SWIFT, E.J., PERDIGÃO, J., HEYMANN, H.O. Bonding to enamel and dentin: A brief history and state of art. *Quintessence Int.*, v.26, p.849-53, 1995.
30. TRIOLO, P.T., SWIFT JUNIOR, E.J., MUDGIL, A., et al. Effects of etching time on enamel bond strengths. *Am J. Dent.*, v.6, p.302-04, 1993.
31. VAN MEERBEECK, B., et al. Morphological aspects of the resin-dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J. Dent. Res.*, v.71, p.1530-40, 1992.
32. WATANABE, I., NAKABAYASHI, N., PASHLEY, D.H. Bonding to ground dentin by a Phenyl-P self-etching primer. *J. Dent. Res.*, v.73, p.1212-20, 1994.
33. YOSHIYAMA, M. et al. Regional bond strengths of self-etching/self-priming adhesive systems. *J. Dent.*, v.26, p.609-16, 1998.