



DOUTORADO EM ODONTOLOGIA

ROSE YAKUSHIJIN KUMAGAI

**INTERFACE CIMENTO RESINOSO/ESMALTE DENTAL:
UMA AVALIAÇÃO MORFOLÓGICA DA ZONA DE
RESISTÊNCIA ÁCIDO-BASE, PADRÃO DE
CONDICIONAMENTO E EFEITO DA TERMOCICLAGEM NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO.**

Guarulhos
2018

ROSE YAKUSHIJIN KUMAGAI

**INTERFACE CIMENTO RESINOSO/ ESMALTE DENTAL:
UMA AVALIAÇÃO MORFOLÓGICA DA ZONA DE
RESISTÊNCIA ÁCIDO-BASE, PADRÃO DE
CONDICIONAMENTO E EFEITO DA TERMOCICLAGEM NA
RESISTÊNCIA DE UNIÃO.**

Tese apresentada ao curso de Odontologia da
Universidade Guarulhos para obtenção do título
de Doutora em Odontologia. Área de
concentração em Dentística

Orientador: Prof. Dr. André Figueiredo Reis
Co-orientador: Prof. Dr. José Augusto Rodrigues

Guarulhos
2018

Ficha catalográfica elaborada pelo Sistema de Bibliotecas Fernando Gay da Fonseca

K96i

Kumagai, Rose Yakushijin

Interface cimento resinoso/esmalte dental: uma avaliação morfológica da zona de resistência ácido-base, padrão de condicionamento e efeito da termociclagem na resistência de união. / Rose Yakushijin Kumagai. -- 2018.

54 f.; 31 cm.

Orientador: Prof^o. Dr. André Figueiredo Reis

Tese (Doutorado em Odontologia) – Centro de Pós-Graduação e Pesquisa e Extensão, Universidade Guarulhos, Guarulhos, SP, 2018.

1. Resistência de união ao microcissalhamento 2 ABRZ 3. Cimento resinoso dual; 4. Condicionamento do esmalte I. Título II. Reis, André Figueiredo (Orientador). III. Universidade Guarulhos

CDD. 617.6



Grupo Ser Educacional



Genête change o futuro

A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de DOUTORADO, intitulada "INTERFACE CIMENTO RESINOSO/ESMALTE DENTAL: UMA AVALIAÇÃO MORFOLÓGICA DA ZONA DE RESISTÊNCIA ÁCIDO-BASE, PADRÃO DE CONDICIONAMENTO E EFEITO DA TERMOCICLAGEM NA RESISTÊNCIA DE UNIÃO" em sessão pública realizada em 13 de junho de 2018 considerou a candidata Rose Yakushijin Kumagai aprovada.

COMISSÃO EXAMINADORA:

1. Prof. Dr. André Figueiredo Reis (UNG)

2. Prof. Dr. Marcelo Tavares de Oliveira (UNINOVE)

3. Prof. Dr. Adriano Fonseca Lima (UNIP)

4. Profa. Dra. Marina Guimarães Roscoe (UNG)

5. Prof. Dr. Dimorvan Bordin (UNG)

Guarulhos, 13 de junho de 2018.

DEDICATÓRIA

Ao Prof. Dr. André Figueiredo Reis, porque em cada pequena conquista profissional minha sempre terá muito mais de você do que possa imaginar.

Ao Prof. Dr. Ronaldo Hirata por ter me aconselhado, ao final da minha especialização, a continuar buscando conhecimentos e desafios. Sempre serei grata por toda inspiração, motivações e oportunidades.

Aos meus pais, Kinjuro e Meire, simplesmente porque eles são a expressão mais sublime da palavra amor.

Aos meus irmãos, Alexandre e Newton, por acreditarem nos seus próprios, nos meus e nos nossos sonhos.

A Deus, que sei que está sempre presente, mas às vezes me surpreende se manifestando de forma perspicaz.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao Prof. Dr. André Figueiredo Reis por todos esses anos de convívio, pelos ensinamentos e por ter aceito me orientar novamente com toda generosidade que os verdadeiros mestres possuem. Obrigada por dividir seu conhecimento, pela paciência, pelo exemplo de profissional e de ser humano. Por todas as oportunidades, motivações e por fazer tudo dar certo no final. Pela leveza e alegria que foi tê-lo como orientador em mais essa etapa. Que honra!

À JICA - Japan International Cooperation Agency, por ter me concedido o privilégio de uma bolsa de estudos sensacional. Com a qual pude, além de desenvolver parte dessa tese, conhecer a tradição dos meus antepassados, aprender um pouco mais sobre essa cultura e me apaixonar perdidamente pelo país e pelo povo japonês. Nunca imaginei que uma bolsa de estudos pudesse ser tão incrível.

Ao Kaigai Nikkeijin Kyokai que, juntamente com a JICA, fizeram meus dias no Japão maravilhosos, cuidando de cada detalhe para o meu bem-estar.

東京医科歯科大学の Tagami 先生、世界で一流大学の一つで私の博士号の開発を支えていただきました。それは私にとって特権でした。

Tagami 先生、Nikaido 先生, Takagaki 先生, Hiraishi 先生, Sato 先生, Sakamaki 先生, Mimata 先生: 学術的機会と日本で過ごした幸せな時間をいただきました。あなたたちのような賢く、知的で重要な人たちがとても謙虚で親切な方々とは思っていませんでした。先生たちは私に歯科や日本文化よりも多くのことを教えていただきました。どうもありがとうございました。

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. Marcelo Giannini, que com sua seriedade profissional, abriu as portas de um país tão respeitado, possibilitando que outros brasileiros pudessem ter o privilégio de estudar e vivenciar experiências únicas. Em todo o tempo que estive no Japão, seu nome sempre foi citado como sinônimo de bons adjetivos. Muito obrigada, prof.!

Aos professores do programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Universus Veritas – Guarulhos, Grupo Ser Educacional. Em especial à Profa. Dra. Alessandra Cassoni Ferreira que acompanhou meu caminhar na pós-graduação e ao Prof. Dr. José Augusto Rodrigues pela generosidade e enorme coração que possui.

Aos amigos de pós-graduação: José Carlos Romanini Junior, Juliana de Andrade P. de Oliveira, Caio Junji Tanaka, Belén Retamal-Valdés, Thiago Ottoboni e Caroline Ely pela agradável companhia e troca de experiências.

À Marina Morimoto, minha “tantousha” no Japão, por ter tornado meu período longe de casa muito mais fácil e tranquilo. Além de uma ótima profissional, mostrou-se um ser humano maravilhoso. Obrigada pela sua amizade.

To my Japanese and no-Japanese friends that Japan gave me. Guys, you made my days in Japan much more wonderful than some day I could imagine. You are amazing! I love you!! This PhD program provided me friends around the world. Thank you for all: Mahamoud, Qtaiba, Sandeep, Erick, Yupar, Meiken and Tomoko, Kwein, Sai, Citra, Ana, Ei, Swe, Somayah, Ghasan, Gabo, Min Khant Ko, Ahmed, Leila, Minh, Yukina, Hosea, Pa Pa Khine, Rima, Waleed, Amr, Ali I, Ali II, Zhou, San san, Chamari, Hosea, Hesham. Specially to our ABRZ group: Baba, Martin and Koko.

Aos meus eternos amigos: Andreia Myasiro, Fábio Rodrigues G. de Carvalho, Mauricio Nishikata, Mauricio Uehara, Ricardo Hsieh e Sabrina Hitomi Uyekita que, mesmo vários anos após o término da faculdade, estão presentes no meu dia-a-dia e são os irmãos que a vida me trouxe de presente. Sempre juntos!! Amo vocês!

Aos amigos que conheci pouco antes de viajar ao Japão, mas que se tornaram muito especiais durante meus dias lá, ainda que alguns deles estivessem por aqui. Obrigada pela ajuda, obrigada pelo apoio: Edu, Rafitcha, Bea, Milton, Takase, Takashi, Ricardo, Chrys, Alê, Clovis, Yudi e especialmente a Lili, que me ajudou e me ajuda até mesmo quando eu não preciso. Obrigada pela companhia, pela alegria, pela generosidade e por me ensinar não somente Nihongo, mas sobre o que é ter um bom coração. Você é, sem dúvida alguma, alguém que quero ter pra sempre em minha vida.

À querida Maristela, minha gratidão pela amizade e pelo exemplo. Pessoas como você são raras, nos servem como norte e nos mostram que quando queremos algo, ainda que muitos nos digam que não é possível, quando conhecemos pessoas como você, a gente apenas olha, pára, pensa e ri em silêncio: - Eles estão errados... É possível sim!!!

À Camila Sobral Sampaio, que mesmo quando estamos longe, ela vem ou vai ao meu encontro. Ainda que isso não seja necessário porque a amizade independe de distância. Mas ela cumpre o que promete! Obrigada pela amizade, no sentido mais bonito que essa palavra possa ter. Como eu tenho orgulho de ser sua amiga.

Aos meus pais que são meus ideais de seres humanos. São minha fortaleza, meu refúgio, meus maiores motivadores em todas as minhas boas e, às vezes, não tão boas idéias. Onde o ensinamento se dá em cada palavra, em cada atitude, em cada sorriso ou lágrima, e em cada olhar... À vocês, meu amor infinito e minha gratidão eterna.

Aos meus irmãos Alexandre e Newton por toda generosidade, apoio e compreensão; por conseguirmos por em prática aquilo que aprendemos com nossos pais: sermos parte de uma família. E por vocês acreditarem mais em mim do que eu mesma.

À minha tia querida, Linda, a quem tenho muita consideração e carinho. A senhora mora em meu coração.

A Deus, que me proporciona tantas oportunidades e que coloca em meu caminho pessoas tão especiais como as citadas acima. Não há como não dizer que sou muito abençoada e sortuda. À Ele: toda minha gratidão!

(Epígrafe)

Poeminho do Contra

*Todos esses que aí estão
Atravancando o meu caminho,
Eles passarão...
Eu passarinho!*

(Mario Quintana)

RESUMO

Os objetivos deste estudo foram avaliar, em modo autocondicionante (SE) e com condicionamento ácido prévio (E&R): a zona de resistência ácido-base (ABRZ) na interface cimento/esmalte dental, utilizando-se dois cimentos resinosos duais (DCRC), o padrão de condicionamento do esmalte dental e a resistência ao microcissalhamento (μ SBS) após 0, 5.000 e 10.000 ciclos térmicos. Sessenta e seis molares humanos não cariadados foram usados neste estudo. Os dois DCRC foram utilizados em 4 grupos: Panavia V5 (Kuraray Noritake Dental) em modo SE (V5NE) e E&R (V5E); e Estecem II (Tokuyama Dental) em modo SE (ENE) e E&R (EE). Todos os grupos foram fotoativados por 10 s (Valo, Ultradent, 1400 mW/cm²). Para a observação da ABRZ, a interface adesiva foi submetida a uma solução de desmineralização. Os atributos morfológicos da interface foram observados usando FE-SEM. Para o μ SBS, os primers utilizados em combinação com cada DCRC foram aplicados de acordo com as instruções do respectivo fabricante, sendo em seguida posicionados três tubos Tygon transparentes de polietileno, com diâmetro interno de 0,79 mm e altura de 0,5 mm sobre superfície dentária, preenchidos cuidadosamente com o DCRC e fotopolimerizados por 20 s. Todos os procedimentos foram feitos com magnificação de 2,5X. A formação de ABRZ em esmalte foi observada em todos os grupos, embora com diferentes características morfológicas. A erosão em forma de funil sob a interface foi observada no V5NE e ENE, em que o esmalte foi dissolvido, já no V5E e EE a formação de ABRZ também foi confirmada mas nenhuma erosão em forma de funil foi observada. Na μ SBS, não foram observadas diferenças significativas entre os cimentos resinosos. No entanto, diferença significativa foi detectada entre o modo SE e E&R. Uma porcentagem maior de falhas adesivas foi demonstrada em todos os grupos, mas muito mais expressiva nos V5NE e ENE. Nenhuma falha coesiva em esmalte dental foi observada em qualquer grupo. O esmalte dental abaixo da interface adesiva foi mais suscetível à dissolução ácida em V5NE e ENE.

Palavras-chave: Resistência de união ao microcissalhamento; ABRZ; Cimento resinoso dual; Condicionamento do esmalte.

ABSTRACT

The aims of this study were evaluate in self-etch (SE) and etch-and-rinse (E&R) mode: the acid-base resistant zone (ABRZ) at the cement/enamel interface of two dual-cure resin cements (DCRC), the enamel etching pattern and the micro-shear bond strength (μ SBS) after 0; 5,000 and 10,000 thermocycles. Sixty-six noncarious human molars were used in this study. The DCRC were used in 4 groups: Panavia V5 (Kuraray Noritake Dental) in SE (V5NE) and E&R mode (V5E); and Estecem II (Tokuyama Dental) in SE (ENE) and E&R mode (EE). All groups were light-activated for 10 s (Valo, Ultradent, 1,400 mW/cm²). For the ABRZ observation, the bonded interface was subjected to a demineralizing solution. The morphological attributes of the interface were observed using FE-SEM. For μ SBS, the primers used in combination with each DCRC were applied according to the respective manufacturer's instructions, three polyethylene transparent Tygon tubes, with internal diameter of 0.79 mm and a height of 0.5 mm were positioned in each tooth surface, filled carefully with the DCRC and light-cured for 20 s. All the procedures were done under 2.5X magnification. The formation of enamel ABRZ was observed in all groups although with different morphological features. The funnel-shaped erosion beneath the interface was present in V5NE and ENE and enamel was dissolved, while ABRZ formation was confirmed and no funnel-shaped erosion was noticed in V5E and EE. In μ SBS, no significant differences were observed between resin cements. However, significant difference was detected between SE and E&R mode. A higher percentage of adhesive failures was showed in all groups, but much more expressive in V5NE and ENE. No cohesive failure in enamel was observed in any group. Enamel beneath the bonding interface was more susceptible to acid dissolution in V5NE and ENE.

Keywords: Microshear bond strength; ABRZ; Dual-cure resin cement; Enamel etching.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO.....	13
2. PROPOSIÇÃO.....	16
3. DESENVOLVIMENTO.....	17
Capítulo 1 - Resin Cement/Enamel Interface: A Morphological Evaluation of the Acid-Base Resistant Zone, Enamel Etching Pattern and Effect of Thermocycling on the Micro-shear Bond Strength.....	17
4. DISCUSSÃO.....	40
5. CONCLUSÃO.....	45
6. REFERÊNCIAS.....	46

1. INTRODUÇÃO

Na Odontologia Restauradora, os materiais têm passado por constantes alterações e atraído o interesse tanto de pesquisadores bem como das indústrias e clínicos devido às melhorias nas suas propriedades físicas, mecânicas e estéticas. Possibilitando que cada vez mais os tratamentos, diretos e indiretos, se tornem acessíveis e duradouros (Da Rosa *et al.*, 2011; Demarco *et al.*, 2012; Opdam *et al.*, 2014). Em ambos os casos, a Odontologia Adesiva fundamentada por Buonocore em 1955 e 1956, Bowen em 1963, Fusayama *et al.* em 1979 e Nakabayashi *et al.* em 1982 ainda continua sendo a base desses procedimentos

A adesão à dentina é considerada um procedimento complexo devido a sua estrutura ser formada quase que 50% por matéria inorgânica, 30% de matéria orgânica e apresentar túbulos preenchidos por prolongamentos odontoblásticos e fluido dentinário (cerca de 20% do volume total) proporcionando-lhe uma característica úmida (Marshall *et al.*, 1997). Sendo que 95% da parte orgânica é composta por colágeno e os outros 5% por proteínas não colagenosas (Pereira *et al.*, 2007) e cristais de hidroxiapatita, que formam sua parte inorgânica (Gage *et al.*, 1989).

Já o esmalte dental é composto por aproximadamente 88% de mineral, 2% de matriz orgânica e 10% de água (em volume). Idealizado por Buonocore, em 1955, o condicionamento ácido do esmalte dental, devido ao seu alto conteúdo mineral, faz com que os procedimentos adesivos sejam considerados mais previsíveis. Visando uma desmineralização orientada dos prismas de esmalte, Silverstone *et al.*, em 1975, observaram micro-retenções que, aumentando a energia de superfície, facilitarão a retenção (Retief, 1973).

A adesão aos tecidos duros dentais, esmalte e dentina, tanto nos procedimentos diretos como nos indiretos, é obtida com o uso de materiais que podem ser o próprio sistema adesivo e/ou cimentos resinosos. Nas restaurações diretas, haverá apenas a interface do substrato dental com o material restaurador, mas nas restaurações indiretas pode-se ter mais de uma interface de união, quando

por exemplo, forem utilizados cimentos resinosos associados aos sistemas adesivos; vale ainda ressaltar que as características estruturais e ultramorfológicas de cada material envolvido na adesão tem um importante papel no desempenho dessas interfaces (Reis *et al.*, 2017).

Quando pensamos em sistemas adesivos, para serem considerados eficazes, estes devem além de reter a restauração por um significativo período de tempo, selar completamente as margens da cavidade, prevenindo dessa forma a sensibilidade pós-operatória, o manchamento marginal, cáries secundárias e possíveis patologias pulpares, que são ainda os sinais e sintomas mais comuns associados ao fracasso clínico das restaurações adesivas (Van Meerbeek *et al.*, 1998; Toledano *et al.*, 2000). Este mesmo pensamento pode ser estendido para as restaurações indiretas, nas quais esses requisitos são os desejáveis para os cimentos resinosos, com intuito de se conseguir bons resultados em termos de qualidade e longevidade. Em uma restauração indireta, não é necessário apenas uma peça protética com boas propriedades, mas também uma boa adesão tanto aos tecidos dentários quanto ao material restaurador é importante para o sucesso clínico a longo prazo (Özcan *et al.*, 2015). Os cimentos resinosos são os materiais cimentantes de escolha devido às suas características, tais como: alta resistência de união, resistência ao desgaste, baixa solubilidade, tons estéticos, entre outros (Nakamura *et al.*, 2010; Takamizawa *et al.*, 2016; Hill *et al.*, 2011; Eisenburger *et al.*, 2003; Abo-Hamar *et al.*, 2005). Além disso, eles têm a capacidade de unir o substrato dentário à restauração reforçando ambas as estruturas (Burke *et al.*, 1994; Dietschi *et al.*, 1990), reduzir microinfiltração, evitar pigmentação marginal, sensibilidade pós-operatória e cárie secundária (Hikita *et al.*, 2007).

De acordo com a abordagem adesiva para cimentação, os cimentos resinosos podem ser divididos em três grupos: sistemas de condicionamento ácido prévio, quando o ácido fosfórico é usado antes da aplicação do adesivo; sistemas autocondicionantes, quando primers autocondicionantes ou adesivos autocondicionantes são utilizados; e cimentos autoadesivos, quando não é utilizado adesivo (Radovic *et al.*, 2008; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

Uma zona de resistência ácido-base (ABRZ) adjacente à camada híbrida de dentina em sistemas adesivos autocondicionantes foi observada pela primeira

vez em 2004 por Tsuchiya *et al.* (Tsuchiya 2004). A importância desta zona é que ela trabalha vedando as margens da restauração, evitando a formação de lesões de cárie secundária e aumentando a durabilidade da restauração (Nikaido *et al.*, 2009; Nikaido *et al.*, 2011; Nikaido *et al.*, 2011; Nikaido *et al.*, 2015). Em 2010, Li *et al.* descreveram uma zona resistente ao ácido-base semelhante no esmalte dental usando um sistema de primer autocondicionante de duas etapas (Li *et al.*, 2010). No entanto, não há informações sobre uma ABRZ usando cimentos resinosos de dupla polimerização.

Uma técnica de aplicação adesiva que possui múltiplos passos pode ser considerada demorada e sensível, possibilitando o comprometimento da eficácia da adesão (Mak *et al.*, 2002). Assim, alguns fabricantes não recomendam um passo a mais para o condicionamento da dentina e do esmalte dental. Porém, como já citado anteriormente, apesar dos procedimentos adesivos no esmalte dental serem considerados mais previsíveis, não está claro se ignorar o condicionamento com ácido fosfórico no esmalte dental seria uma escolha segura.

2. PROPOSIÇÃO

Desta forma, os objetivos desse trabalho foram avaliar, para dois cimentos resinosos autocondicionantes duais, com ou sem condicionamento ácido fosfórico prévio do esmalte dental:

2.1. a resistência de união ao microcisalhamento após 0, 5.000 e 10.000 ciclos térmicos;

2.2. a ultramorfologia da interface cimento-resinoso/esmalte dental após o desafio ácido-base (ABRZ – zona de resistência ácido-base); e

2.3. o padrão de condicionamento da superfície do esmalte dental com a aplicação do primer autocondicionante indicado pelo fabricante.

3. DESENVOLVIMENTO

Artigo 1. Resin Cement/Enamel Interface: A Morphological Evaluation of the Acid-Base Resistant Zone, Enamel Etching Pattern and Effect of Thermocycling on the Micro-shear Bond Strength.

Kumagai RY^{1,2}, Takagaki T¹, Sato T¹, Nikaido T¹, Giannini M³, Reis AF², Tagami J¹

Corresponding author:

André Figueiredo Reis

CEPPE, Universidade Guarulhos – UnG

Praça Tereza Cristina, 229 Guarulhos, SP, CEP 07023-070 Brazil.

Phone/Fax: +55 11 24641758.

¹ Cariology and Operative Dentistry, Graduate School of Medical and Dental Sciences, Tokyo Medical and Dental University, Japan.

² Dental Research and Graduate Studies Division, Department of Restorative Dentistry, Guarulhos University, Guarulhos, Brazil

³ Department of Restorative Dentistry, Dental Materials Area; University of Campinas - Piracicaba Dental School, SP, Brazil

Keywords: dual-cure resin cement, enamel etching, SEM, acid-base resistant zone.

Abstract

Purpose: The aim of this study was to evaluate, in self-etch and etch-and-rinse mode, the acid-base resistant zone (ABRZ) at the cement/enamel interface of two dual-cure resin cements (DCRC), the enamel etching pattern and the micro-shear bond strength (μ -SBS) after 0, 5,000 and 10,000 thermocycles to verify if enamel acid etching should be recommended.

Materials and Methods: Two DCRC were used in 4 groups: Panavia V5 in self-etch (V5NE) and etch-and-rinse mode (V5E); and Estecem II in self-etch (ENE) and etch-and-rinse mode (EE). All groups were light-activated for 10s (Valo, Ultradent, 1400 mW/cm²). For the ABRZ observation, the bonded interface was subjected to a demineralizing solution. The morphological attributes of the interface were observed using FE-SEM. For μ -SBS, the primers used in combination with each DCRC were applied according to the respective manufacturer's instructions, three polyethylene transparent Tygon tubes, with internal diameter of 0.79 mm and a height of 0.5 mm were positioned in each tooth surface, filled carefully with the DCRC and light-cured for 20s. All the procedures were done under 2.5X magnification.

Results: The formation of enamel ABRZ was observed in all groups although with different morphological features. The funnel-shaped erosion beneath the interface was present in V5NE and ENE where enamel was dissolved, while ABRZ formation was confirmed and no funnel-shaped erosion was noticed in V5E and EE. In μ -SBS, no significant differences were observed between resin cements. However, significant difference was detected between self-etch and etch-and-rinse mode. A higher percentage of adhesive failures was showed in all groups, but much more expressive in V5NE and ENE. No Cohesive in enamel failure was observed in any group. Enamel beneath the bonding interface was more susceptible to acid dissolution in V5NE and ENE.

Conclusion: Within the limitations of the present study enamel acid etching should be recommended to improve the interfacial quality of the bonding area when these dual-cure self-etching resin cements are used.

INTRODUCTION

Indirect esthetic restorations are very common procedure and resin cements are the luting materials of choice because of their characteristics, such as: high bond strength, wear resistance, low solubility, esthetic shades, among others.^{1,7,14,22,37} Furthermore, the ability to bond tooth structure and restoration produces reinforcement of both structures^{4,6} reduces microleakage, marginal staining, postoperative sensitivity and recurrent caries.¹³ According to the adhesive approach for cementation, resin cements can be divided into three groups: etch-and-rinse systems, when phosphoric acid etchant is used prior to adhesive application; self-etching systems, when self-etching primers or self-etching adhesives are used; and self-adhesive cements, when no adhesive is used.^{30,40}

An acid-base resistant zone (ABRZ) adjacent to dentin hybrid layer in self-etching adhesive systems was first observed in 2004 by Tsuchiya *et al.*³⁸ This zone works sealing the restoration margins, preventing against secondary caries and then increasing durability of the restoration.²³⁻²⁶ In 2010, Li *et al.* described a similar ABRZ in enamel using a two-step self-etching primer system.¹⁶ However, there is no information about formation of ABRZ on enamel using dual-cure resin cements.

A multi-step application technique can be considered a time consuming and sensitive technique that may compromise bonding effectiveness.¹⁷ Thus, some manufacturer's no longer recommend a separate etching step for dentin and enamel. However, it is not clear if the option of skipping phosphoric acid-etching for enamel would be a safe choice.

Therefore, the aim of this study was to evaluate: the microshear bond strength of two dual-cure self-etching resin cements applied with or without phosphoric acid conditioning on enamel after 0; 5,000; and 10,000 thermocycles; the ultramorphology of the resin-cement/enamel interface after acid-base challenge (formation of ABRZ – acid base resistant zone) and the enamel etching pattern of self-etching primer-coated surfaces with or without pre phosphoric-acid etching to verify the necessity of acid etching for these dual-cure resin cements. The null hypotheses to be tested were that acid etching prior to resin cement application does not influence: (i) the microshear bond strength; (ii) ABRZ formation; and (iii) the enamel morphological pattern.

MATERIALS AND METHODS

Experimental design

Sixty-six noncarious human molars were used in this study to test two different dual-cure resin cements. Sixty teeth were used for the microshear bond strength test, four to FE-SEM observation after acid-base challenge and two of them for FE-SEM observation of the enamel primer-coated surfaces etching pattern with or without prior phosphoric-acid etching.

Enamel specimen preparation

The teeth were collected after the individuals' informed consents and obtained according to the protocol approved by the Guarulhos University Research Ethics

Committee (CEP-UnG, process # 641.271). The teeth were stored at 4 °C in saline solution with 0.01% thymol and used within 8 month after extraction.

From each tooth, the root was removed and crown was sectioned in the mesio-distal direction using a low-speed diamond saw (Isomet, Buehler; Lake Bluff, IL, USA). Afterwards, the buccal and lingual enamel surfaces obtained were embedded in epoxy resin (EpoxiCure, Buehler) with enamel surfaces facing out, and then wet polished with 600-grit SiC paper for 1 min in order to expose flat enamel surfaces.

Microshear bond strength (μ SBS)

The primers used in combination with each dual-cure resin cements were applied according to the respective manufacturer's instructions (Table 1), except for the variation of using prior phosphoric-acid (K-etchant Syringe, Kuraray Noritake Dental, Japan). Following the enamel specimen preparation described above, the specimens were randomly divided into 4 groups: V5NE . Panavia V5 without pre-etching (Kuraray Noritake; Tokyo, Japan); V5E. Panavia V5 with pre-etching (Kuraray Noritake Dental, Japan); ENE . Estecem II without pre-etching (Tokuyama Tokyo, Japan); EE. Estecem II with pre-etching (Tokuyama Tokyo, Japan). Prior phosphoric-acid (K-etchant Syringe, Kuraray Noritake Dental, Japan) etching for 10s was used for pre-etching groups.

Table 1. Manufacturer, compositions, procedure instruction and batch number of the dual-cure resin cements and respective primers.

Material (Manufacturer) Lot No.	Composition	Procedure
Panavia V5 (Kuraray Noritake Dental) SU0035 / 3f0051	Tooth primer (pH 2.0): 10-MDP, original multifunctional monomer, new polymerization accelerator, HEMA, water, stabilizer. Cement: Bis-GMA, TEGDMA, aromatic multifunctional monomer, aliphatic multifunctional monomer, new chemical polymerization accelerator, dl-camphor quinone, photopolymerization accelerator, surface treated barium glass, fluoroalumino-silicate glass, fine particulate filler.	Apply and leave primer for 20s, gently air-dry, place paste from auto-mix syringe, light cure for 20s
Estecem II (Tokuyama Dental Corporation) 001057 / A009B1	Bondmer Lightless: Bond A: Phosphoric acid monomer (new 3D-SR monomer), HEMA, Bis-GMA, TEGDMA, acetone, MTU-6, others. Bond B: Borate, peroxide, acetone, isopropyl alcohol, water, silane coupling agent, others. Cement: Paste A: Bis-GMA, TEGDMA, Bis-MPEPP, silica-zirconia filler (74% weight / 61% volume). Paste B: Bis-GMA, TEGDMA, Bis-MPEPP, silica-zirconia filler (74% weight / 61% volume), camphorquinone, peroxide.	Dispense one drop of Bond A and Bond B into the dispensing well and mix (complete the application within 1 min after dispensing). Apply on the surface and wait 10s, mild air-dry until it stays without any movement, then strong air to the surface, place paste from auto-mix syringe, light cure for 20s or more.
K-etchant Syringe (Kuraray Noritake Dental) 1L0033	35% phosphoric acid aqueous solution and colloidal silica	Apply and leave for 10 s, rinse thoroughly and dry.

Abbreviations: 10-MDP: 10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate; bis-GMA: bisphenol-glycidyl methacrylate; TEG-DMA, triethylene glycol dimethacrylate; MTU-6: 6-methacryloyloxyhexyl 2-thiouracil-5-carboxylate; Bis-MPEPP: Bisphenol A polyethoxy methacrylate.

After self-etching primer application, three polyethylene transparent Tygon tubes (Saint-Gobain Performance Plastic, USA), with internal diameter of 0.79 mm and a height of 0.5 mm were positioned. Then, the dual-cure resin cement was carefully inserted inside each tube, and light-cured for 20 s using a LED light-curing unit (VALO, Ultradent, 1,400 mW/cm²). Immediately after, the Tygon tubes were removed with a blade and stored for 24h in distilled water at 37°C. All procedures were done under 2.5X magnification. For 5,000 and 10,000 thermocycles groups all the bonding procedures were the same. After 24h of water storage, the specimens were subjected to 5,000 and 10,000 thermocycles with two water baths of 5°C and 55°C with a dwell time of 30s at each temperature (thermocycling K178, Tokyogiken,

Tokyo, Japan) prior to the microshear bond strength test.

Then, each specimen was attached to the testing device with cyanoacrylate adhesive and placed in a Universal testing machine (EZ-test-500N, Shimadzu, Kyoto, Japan) for the microshear bond strength test. A thin wire (diameter 0.20 mm) was looped around the resin-cement cylinder, making contact and gently positioned against the resin-cement interface. Force was applied at cross-head speed of 1.0 mm/minute until failure occurred. Data from μ SBS were analyzed using three-way ANOVA (resin-cement vs. etching mode vs. thermocycles) and Tukey test at $P < 0.05$.

Failure mode was analyzed using a confocal laser scanning microscope at 240X magnification (VK-X150/X160, Keyence) and the fractured interface was classified into 1 of 3 types: CE (cohesive failure in enamel), AD (adhesive failure), and CR (cohesive failure in resin-cement). Instead of classifying failures as mixed, the area percentage of each type of failure in each specimen was recorded.

FE-SEM observation after Acid-Base Challenge

Enamel specimens were similarly prepared as described for the μ SBS test and a 2-mm-thick layer of the dual-cure resin cement was applied and light-cured for 20 s. Each specimen was stored in distilled water at 37°C for 24h and afterwards they were sectioned perpendicular to the bonding interface into halves and re-embedded in the epoxy resin overnight. Afterwards, the specimens were then wet-polished with SiC papers from 600-grit to 1200-grit for 1 min and subjected to an acid-base challenge. For the acid challenge, each specimen was stored in buffered demineralizing solution (pH 4.5, 2.2 mmol/l CaCl_2 , 2.2 mmol/l NaH_2PO_4 , and 50

mmol/l acetic acid) for 4.5 h and for the base challenge, the specimens were immersed in 5% NaOCl with ultrasonication for 2 times of 10 min and immediately after rinsed with tap water for 30s to remove any debris or enamel proteins on the demineralized structures. Then, a 4-META/MMA-TBB resin (Super Bond C&B, Sun Medical; Moriyama, Japan) was applied without acid etching of the treated surface to prevent wear or fracture of the remaining structure during cutting and polishing. The specimens were cut in perpendicular way to the resin cement/enamel interface and polished from 600-grit to 1200-grit SiC paper and with diamond pastes (Struers; Copenhagen, Denmark) for 1 min down to a particle size of 0.25 μm with ultrasonication of 2 min between each particle size. To bring the resin cement/enamel interface into sharp relief, argon-ion etching (EIS-200ER, Elionix; Tokyo, Japan) with an accelerating voltage of 1 kV and an ion current density of 1.5 mA/cm^2 for 30s was used for the polished surfaces.

The FE-SEM observation (S-4500, Hitachi Ltd., Hitachinaka, Japan) was done after platinum sputter coating, with an accelerating voltage of 15 kV.

FE-SEM Observation of Enamel Etching Pattern

For FE-SEM observation of the enamel etching pattern of surfaces primer-coated with or without prior phosphoric-acid etching, two human molars had the same enamel specimen preparation as written before and then, the surfaces were treated according each group.

For the groups without prior phosphoric-acid etching, after primer treatment, the samples were followed with ultra sonication for 3 minutes with acetone to

dissolve the primer and dehydration. For the groups with prior phosphoric-acid etching, 35% phosphoric acid etching (K-etchant GEL, Kuraray Noritake Dental, Japan) was applied for 10s, rinsed thoroughly with water and dry before the primer treatment and after followed with ultra sonication for 3 minutes with acetone to dissolve the primer and dehydration.

After that, specimens were sputter coated with platinum coat and observed in FE-SEM (S-4500, Hitachi Ltd., Hitachinaka, Japan) with an accelerating voltage of 15 kV.

RESULTS

Micro-shear bond test and failure mode analysis

Mean μ SBS values and standard deviation in MPa are presented in Table 2. Three-way ANOVA revealed no significant differences for the factor “resin cement” ($p>0.05$), but significant difference was detected for the factor “etching mode” ($p<0.05$), for the factor “thermocycling” ($p<0.05$) and for the interaction among factors ($p<0.05$).

With regard to the “etching mode”, for both cements in all evaluation periods, etched enamel produced significantly higher bond strength values. Thermocycling produced a significant reduction in bond strength values for both resin cements regardless of the etching mode. The only exception was observed for EE, which after 5,000 thermal cycles produced intermediate values, without significant difference from 0 and 10,000 thermal cycles.

Table 2. Mean bond strength values in MPa for two different dual-cure resin cements applied with/without prior phosphoric-acid etching (self-etch and etch-and-rinse mode) in enamel after 0, 5,000 and 10,000 thermocycles.

Cement	TC 0		TC 5,000		TC 10,000	
	Self-etch	Etch-and-Rinse	Self-etch	Etch-and-Rinse	Self-etch	Etch-and-Rinse
Panavia V5	22.5 (4.6) Ba	27.1 (4.7) Aa	15.2 (5.7) Bb	20.6 (5.7) Ab	13.3 (4.6) Bb	16.4 (3.6) Ab
Estecem II	20.9 (5.0) Ba	28.3 (4.0) Aa	13.9 (3.5) Bb	22.5 (3.8) Aab	11.1 (3.3) Bb	18.9 (4.1) Ab

Means followed by different letters (upper case compares etching mode, lower case compares thermocycling). No significant differences were observed between resin cements. Confidence level at 0.05.

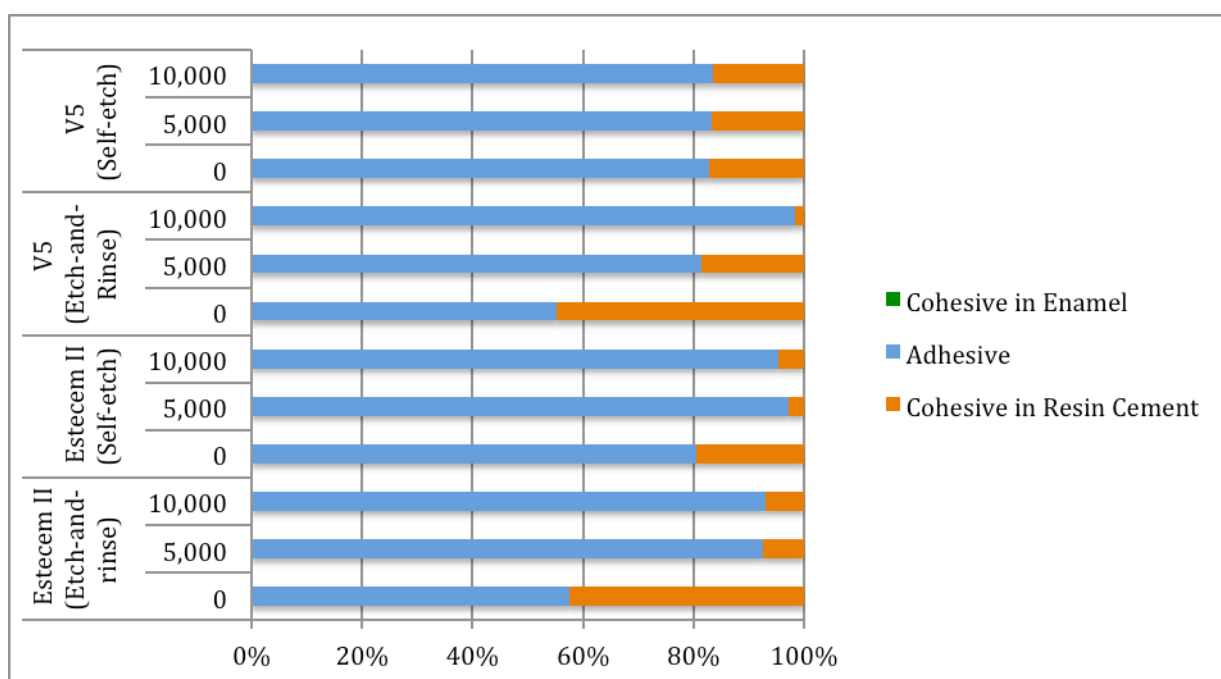


Fig 1. Failure mode distribution (%).

Descriptive data of failure mode analysis is shown in Figure 1. Adhesive failure was the predominant failure mode in all groups. However, for both resin cements applied in etch-and-rinse mode without thermocycling, a higher percentage of cohesive failures in resin cement was observed. No cohesive failures in enamel were observed.

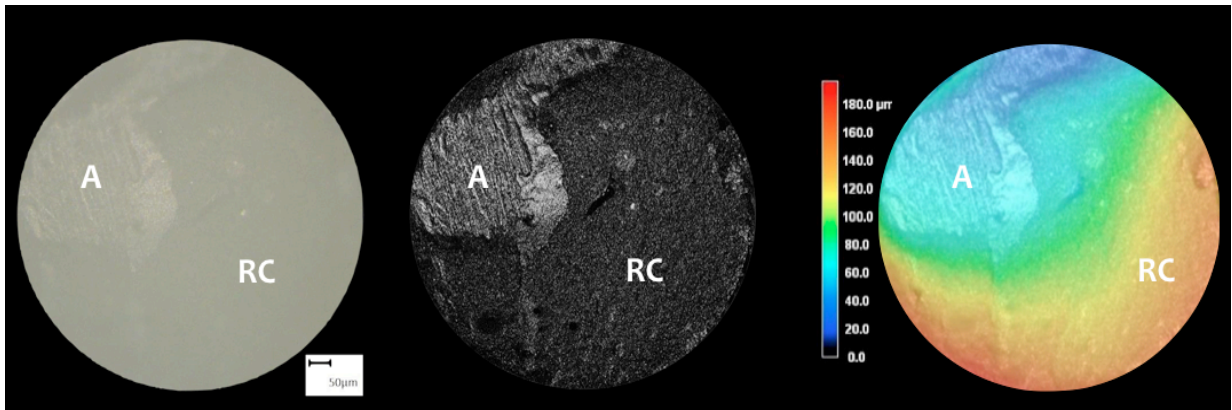


Fig 2. Representative figures of the failure modes observed in the microsheat bond strength test, CLSM at 200X magnification. A: adhesive failure, RC: cohesive failure within resin cement. No cohesive failure in enamel was observed.

FE-SEM Observation after Acid-Base Challenge

The formation of enamel ABRZ was observed in all groups although with different morphological features. Figure 3 shows typical interface morphologies of each group after acid-base challenge. An outer lesion (OL), created by mineral loss due to the acid-base challenge, was observed in all groups, with a range from 12.0 to 17.1 μm .

In V5E and EE, a bonding interface without gaps or defects was formed. An ABRZ with approximately 2.4 μm thickness was observed in V5E group and EE group presented an ABRZ formation with 3.0 μm thickness. Furthermore, no demineralization beyond the outer lesion (OL) and no funnel-shaped erosion were detected along the ABRZ in the phosphoric acid pre-etching groups.

In contrast, V5NE and ENE presented an ABRZ with approximately 0.6 μm and 0.4 μm thickness respectively and funnel-shaped erosion along the interface was detected beyond the OL, where enamel was dissolved and detached from the bonding layer. The width of the eroded area beneath the ABRZ was 11.4 μm in V5NE and 14.6 μm in ENE at the top of the eroded area.

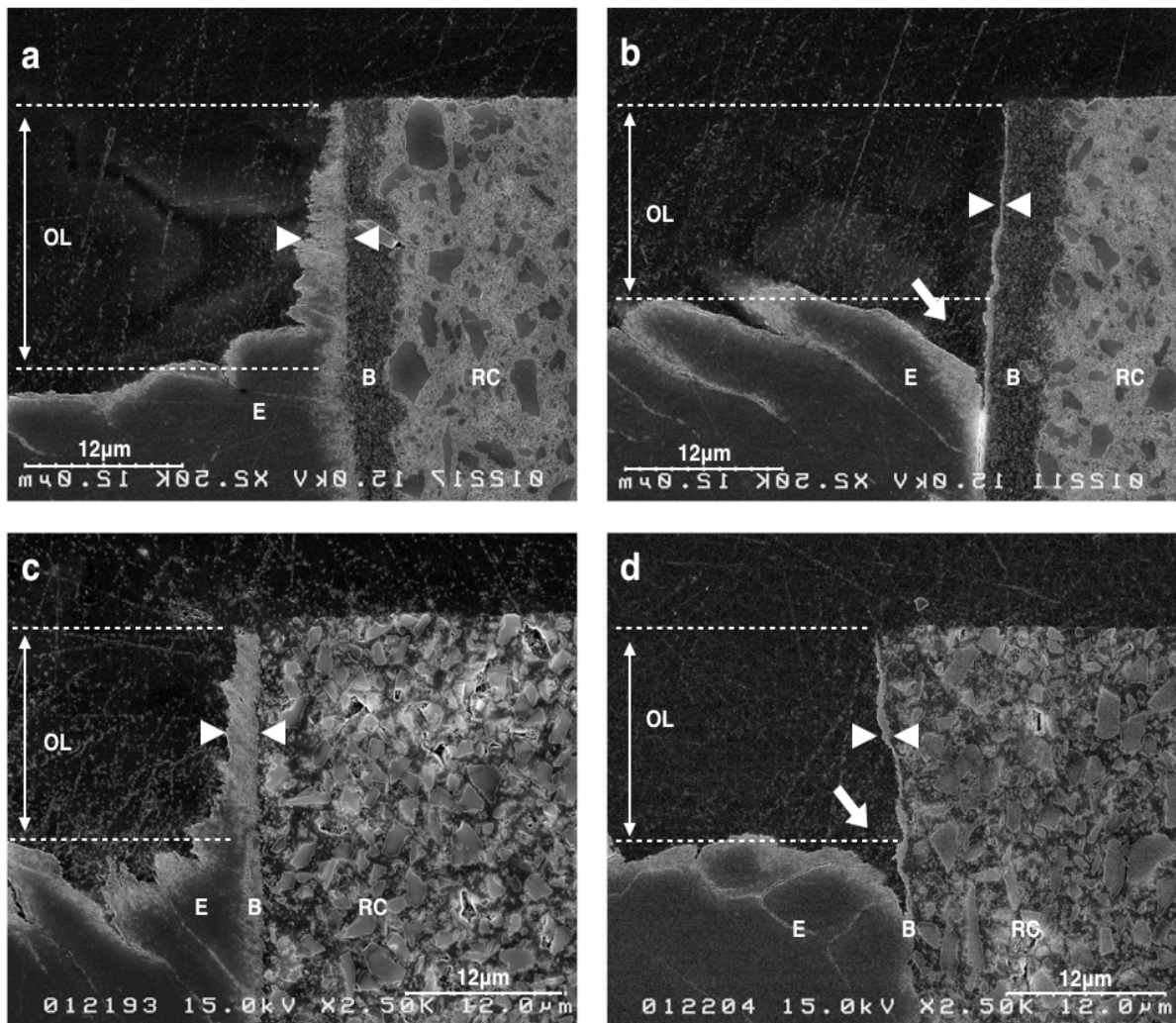


Fig 3. FE-SEM observation (2,500X magnification) – Ultrastructure of enamel/dual-cure resin cement interface (with respective primers) after acid-base challenge. a: EE; b: ENE; c: V5E; d:V5NE. E: enamel; B: enamel hybrid layer; RC: resin cement; OL: outer lesion. Arrow: funnel-shaped erosion. Acid-base challenge creates OL with a depth of approximately 12 to 17 μm . In all groups, an ABRZ (between triangles) was detected beneath the bonding layer with approximately 0.4 to 3 μm thickness. In b and d, the arrow points the funnel-shaped erosion at the interface.

FE-SEM Observation of Enamel Etching Pattern

Etching patterns of enamel surfaces primer-coated with or without prior phosphoric-acid etching are shown in Figure 4. For V5E and EE, exposed crystallites within enamel prisms were observed. V5NE and ENE show minimal or no signs of etching or exposed enamel prisms. Prior phosphoric-acid etching groups exhibited a

honeycomb pattern that is caused by preferential dissolution of the enamel prisms and it is possible to observe the prism peripheries.

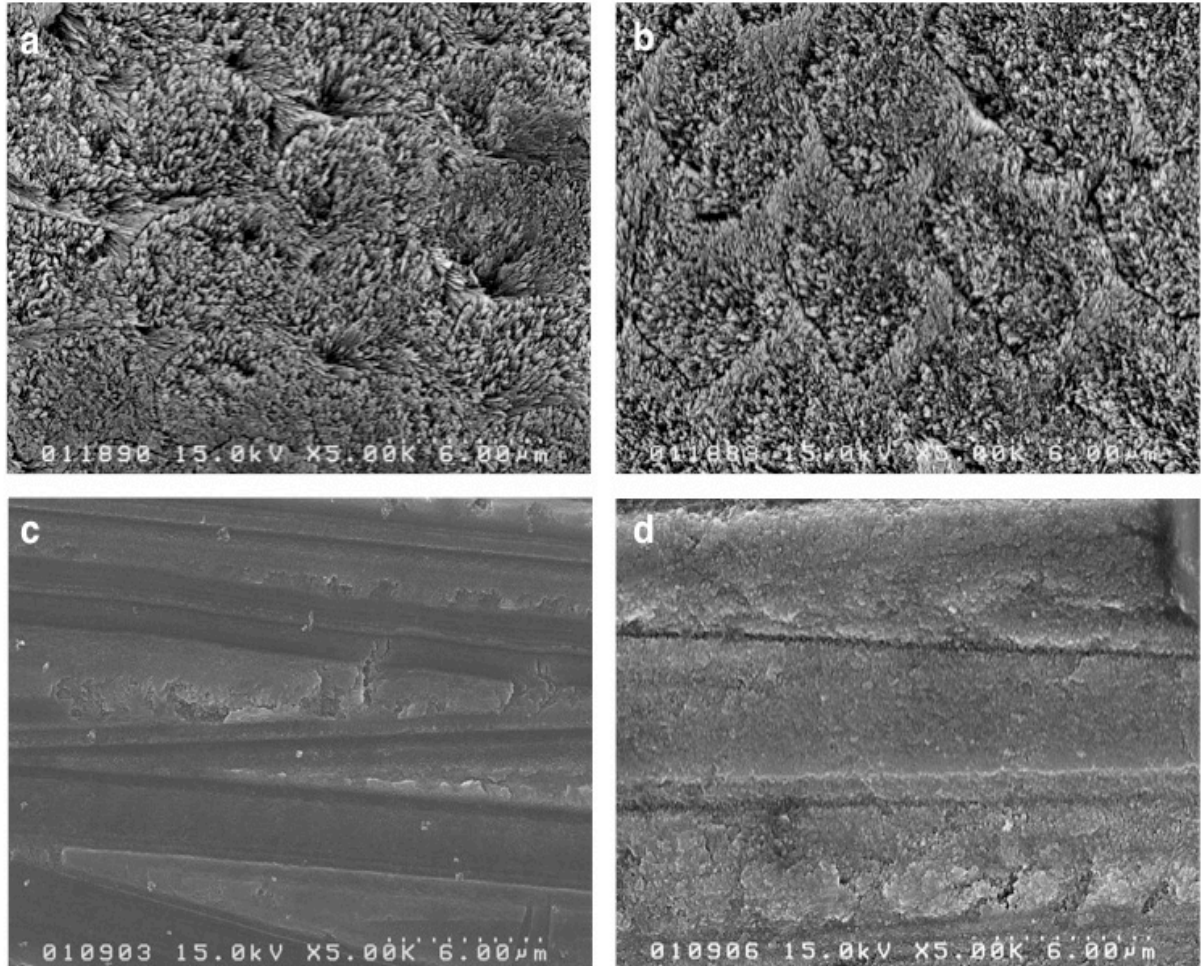


Fig 4. FE-SEM observation of enamel surface etching pattern (5,000X magnification). With prior phosphoric-acid etching: a) EE and b) V5E. Surfaces show enamel crystals and a honeycomb shape is observed. Without prior phosphoric-acid etching: c) ENE and d) V5NE. Both groups show the surface covered by a smear layer with no signs of etching.

DISCUSSION

In this study, two dual-cure self-etching resin cements systems (Panavia V5 and Estecem II) were tested on human enamel, in two different ways: with or without phosphoric-acid etching prior to the self-etching primers application. The micro-shear bond strength test was chosen because of its advantages of bond testing in small

areas²⁷ and also because the sectioning procedure is not necessary to obtain specimens, which could produce micro-cracking in a brittle substrate such as enamel.^{9,34,35}

The null hypotheses of this study is that phosphoric-acid etching prior to application of a self-etching resin cement system does not influence: the microshear bond strength after 0, 5,000 or 10,000 thermocycles (i), the ABRZ formation (ii) and the morphological etching pattern of enamel (iii) were rejected. Enamel phosphoric-acid etching positively influenced all parameters evaluated.

The materials were used according to manufacturers' instructions. The exceptions were the groups with prior etching with 35% phosphoric acid. As it happens with some mild self-etching adhesives systems that present a limited ability to etch enamel,²⁹ the findings of the present study were somehow expected. Because, differently from dentin substrate, enamel presents a higher mineral content with a crystalline structure,¹⁸ it contains approximately 96% of hydroxyapatite, by weight, and the remainder consists of water and organic material.^{12,41} Bonding to enamel is achieved by a micromechanical interlocking from the diffusion of resin monomers into the pre-treated enamel and polymerization.³⁶ So, these information explains the microshear bond strength test results of this study, where no significant differences were observed between the dual-cure resin cements tested, but higher bond strengths were observed when phosphoric acid pre-etching was used.

Thermocycling subjects the specimens to extreme temperatures to simulate intraoral conditions, generating repetitive contraction and expansion stresses in the dental substrate and also in the restorative material tested; because of these stresses, cracks can propagate along the interface, allowing fluid infiltration. Even

though no evidence of the number of thermocycles likely to be experienced *in vivo* has been found, a provisional estimate of approximately 10,000 thermocycles per year is suggested.¹⁰

As it was expected, the microshear bond strengths of all groups tested in this study decreased with the thermocycle aging. Panavia V5, in self etch and etch-and-rinse mode, didn't show significant differences between 5,000 and 10,000 thermocycles; the same happened with Estecem II in self-etch mode. But all of these three groups revealed a significant difference from 0 and 5,000 or 10,000 thermocycles. Differently, Estecem II when applied in etch-and-rinse mode showed no significant differences between 0 and 5,000 thermocycles or between 5,000 and 10,000 thermocycles, but a significant reduction was detected between 0 and 10,000 thermocycles. No significant differences were observed between resin cements. The new functional monomer 3D-SR present in Estecem II, compared with the already well established in literature MDP present in Panavia V5, it seems to perform similarly well immediately after application and in the long term.

For the failure mode analysis, CLSM was chosen in this study because according to some researchers,⁴³ when shear bond strength test is performed, many times stresses can be concentrate in the substrate and the failure can not be considered at the interface itself. Using the CLSM it is possible to observe the thickness in the fracture location, verifying if, at the moment of the test, the specimen and the apparatus for the μ SBS were correctly positioned. The reduced dimensions of the μ SBS specimens bring advantages comparing with the conventional shear bond strength test.^{33,34}

Most of the current self-etching adhesive systems pH are classified as “mild” (pH>2) or “ultra-mild” (pH>2.5),^{2,3,5,20,21,28,42} this pH range can be effective for dentin bonding but it seems to be insufficient for enamel conditioning, and even more critical when uncut enamel is considered.^{8,11} The pH of Panavia V5 Tooth Primer is 2.0, data provided by the manufacturer and primer applied with the Estecem II cement, Bondmer Lightless, although the pH is not provided, it is supposed to be in the same range considering the pH of an experimental adhesive containing the same monomer 3D-SR (pH=2.0) and measured in a previous study.²⁶ Another point to be considered is a direct correlation between pH and the compatibility of universal adhesives with self and dual-cure resin cements,¹¹ when more acidic adhesives present lower compatibility with these materials.³²

Similar enamel etching patterns that were found in this study, were also showed by Li *et al.* in 2013 and Sato *et al.* in 2016.^{15,31} When the primer was applied without prior phosphoric-acid etching (Figs. 1 and 2), the smear layer was observed covering all the surface and minimal or no signs of etching or exposed enamel prisms were noted, revealing that the self-etching primers were not acidic enough to etch the enamel surface. On the other hand, when prior phosphoric-acid etching was performed, it was possible to identify enamel crystallites and a honeycomb pattern (Figs. 3 and 4).

As it happens in all-in-one adhesive systems, the primers used with the dual-cure resin-cement in this study contain one or more functional monomers, which have important roles in etching enamel and/or dentin, enhancing monomer penetration, and also participate in chemical interaction potential.³⁹ Panavia V5 Tooth Primer presents in its composition 10-MDP, an acidic functional monomer that has

the function of demineralizing the smear layer and also the subjacent substrates. For Bondmer Lightless, the primer used with Estecem II cement, 3D-SR monomer is the phosphoric acid monomer responsible for demineralization of the tooth substance and enhanced adhesion via interaction with tooth calcium. In 2011, Nikaido *et al.* reported the formation of enamel/dentin acid-base resistant zone by three experimental adhesives systems containing different functional monomers: MDP, 3D-SR and 4-META, and the pH value of these adhesives were: 1.9 in MDP, 2.0 in 3D-SR and 2.2 in 4-META.²⁶

In 2004, Tsuchiya *et al.*³⁸ reported the formation of the acid-base resistant zone in dentin, and in 2010, Li *et al.* described a similar zone formation in enamel.¹⁶ In this study, authors investigated the effects of MDP and Phenyl-P on the morphology of adhesive-enamel interface after acid-base challenge and, only in adhesives containing MDP, the enamel ABRZ was present.¹⁶ Furthermore, in the study cited above,²⁶ Nikaido *et al.* confirmed the formation of enamel ABRZ at the adhesive interface using an experimental all-in-one adhesive using the following functional monomers: MDP, 3D-SR and 4-META. These previous studies supporting our findings, that enamel ABRZ formation was observed in all groups, which the functional monomers are: 10-MDP and 3D-SR, in Panavia V5 Tooth Primer and Bondmer Lightless respectively.

In addition, when enamel was prior phosphoric-acid etched (V5EE and EE), the ABRZ could be clearly detected, thicker and irregular. On the other side, when no prior phosphoric-acid etching was performed, the ABRZ presented was thin and regular, what can be explained by the primer mild etching potential. In a previous study,¹⁵ the same pattern of ABRZ formation was shown when phosphoric acid was

adjunctively used with a mild self-etching adhesive.

The mechanism of enamel ABRZ formation still remains unclear, but it is supposed that the penetration of the functional monomers into the microporous created by enamel etching, by the self-etching primer and the chemical interaction between the functional monomer and hydroxyapatite may favors the ABRZ formation.^{16,18,19,26}

For this study, enamel ground surface was used but intact enamel is also relevant for clinical and suggested for further studies, considering the idea of minimally invasive preparations and aesthetic interventions when indirect restorations can be bonded even without preparation. In addition, the resin cements tested are dual-cure, thus another interesting study would be to evaluate only these cements after chemical cure.

CONCLUSION

Within the limitations of the present study enamel acid etching should be recommended to improve the interfacial quality of the bonding area when these dual-cure self-etching resin cements are used.

REFERENCES

1. Abo-Hamar SE, Hiller KA, Jung H, Federlin M, Friedl KH, Schmalz G. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. *Clin Oral Investig* 2005;9:161–167.
2. Barkmeier WW, Erickson RL, Kimmes NS, Latta MA, Wilwerding TM. Effect of enamel etching time on roughness and bond strength *Operative Dentistry* 2009;34:201-222.
3. Breschi L, Gorbi P, Falconi M, Mazzotti G, Prati C, Perdigão J. Ultra-morphology of self-etching adhesives on ground enamel: a high resolution SEM study *American Journal of Dentistry* 2003;16:57A-62A.
4. Burke FJ, Watts DC. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded crowns. *Quintessence Int* 1994;25:335–340.
5. Chen L, Suh BI. Effect of hydrophilicity on the compatibility between a dual-curing resin cement and one-bottle simplified adhesives *Journal of Adhesive Dentistry* 2013;15:325-331.
6. Dietschi D, Maeder M, Meyer JM, Holz J. In vitro resistance to fracture of porcelain inlays bonded to tooth. *Quintessence Int* 1990;21:823–831.
7. Eisenburger M, Addy M, Rossbach A. Acidic solubility of luting cements. *J Dent* 2003;31:137–142.
8. El-Askary FS, Anwar MN, Munoz MA, *et al.* Micro-shear bond strength of universal adhesives to uncut enamel [abstract]. *J Dent Res* 2014;93(spec iss B). Abstract 1139.
9. Ferrari M, Goracci C, Sadek F, Eduardo P, Cardoso C. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. *Eur J Oral Sci* 2002;110:385–391.

10. Gale MS, Darvell BW. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. *J Dent* 1999;27:89-99.
11. Gary A. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? *Compend Contin Educ Dent* 2015 Jan;36:15-26; quiz 28,40.
12. Gwinnett AJ. Bonding basics: What every clinician should know. *Esthetic Dent Update* 1994;5:35-41.
13. Hikita K, Van Meerbeek B, De Munck J, et al. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. *Dent Mater* 2007; 23:71-80.
14. Hill EE, Lott J. A clinically focused discussion of luting materials. *Aust Dent J* 2011;56(Suppl. 1):67–76.
15. Li N, Nikaido T, Alireza S, Takagaki T, Chen JH, Tagami J. Phosphoric acid-etching promotes bond strength and formation of acid-base resistant zone on enamel. *Oper Dent* 2013 Jan-Feb;38:82-90.
16. Li N, Nikaido T, Takagaki T, Sadr A, Makishi P, Chen J, Tagami J. The role of functional monomers in bonding to enamel: acid-base resistant zone and bonding performance. *J Dent* 2010;38:722-730.
17. Mak YF, Lai SCN, Cheung GSP, Chan AWK, Tay FR, Pashley DH. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and indirect resin composite. *Dent Mater* 2002;18:609–621.
18. Marshall GW Jr, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997;25:441-458.
19. Mine A, De Munck J, Vivan Cardoso M, Van Landuyt KL, Poitevin A, Kuboki T. Enamel-smear compromises bonding by mild self-etch adhesives. *J Dent Res* 2010;89:1505-1509.

20. Moura SK, Pelizzaro A, Dal Bianco K, M. de Goes MF, Loguercio AD, Reis A, *et al.* Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel? *Journal of Adhesive Dentistry* 2006;8:75-83.
21. Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine *Journal of Dentistry* 2013;41:404-411.
22. Nakamura T, Wakabayashi K, Kinuta S, Nishida H, Miyamae M, Yatani H. Mechanical properties of new self-adhesive resin-based cement. *J Prosthodont Res* 2010;54:59-64.
23. Nikaido T, Inoue G, Takagaki T, Waidyasekera K, Iida Y, Shinohara MS *et al.* New strategy to create "Super Dentin" using adhesive technology: Reinforcement of adhesive-dentin interface and protection of tooth structures. *Japan Dent Sci Rev* 20;47:31-42.
24. Nikaido T, Nurrohman H, Takagaki T, Sadr A, Ichinose S, Tagami J. Nanoleakage in Hybrid Layer and Acid-Base Resistant Zone at the Adhesive/Dentin Interface. *Microsc Microanal* 2015;21:1271-1277.
25. Nikaido T, Weerasinghe DD, Waidyasekera K, Inoue G, Foxton RM, Tagami J. Assessment of the nanostructure of acid-base resistant zone by the application of all-in-one adhesive systems: super dentin formation. *Biomed Mater Engineer* 2009;19:163-171.
26. Nikaido, T., Ichikawa, C., Li, N., Takagaki, T., Sadr, A., Yoshida, Y. *et al.* Effect of functional monomers in all-in-one adhesive systems on formation of enamel/dentin acid-base resistant zone. *Dent Mater J* 2011;30:576-582.
27. Pashley DH, Carvalho RM, Sano H, Nakajima M, Yoshiyama M, Shono Y, *et al.* The microtensile bond test: a review. *J Adhes Dent* 1999;1:299-309.

28. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dental Materials* 2001;17:430-444.
29. Perdigão J, Muñoz MA, Luque-Martinez I, Reis A, Loguercio AD. Enamel etching patterns of universal adhesives – FESEM analyses. *J Dent Res* 2014;93A:474.
30. Radovic I, Monticelli F, Goracci C, Vulicevic ZR, Ferrari M. Self-adhesive resin cements: a literature review. *J Adhes Dent* 2008;10:251-258.
31. Sato T, et al. Morphological evaluation of adhesive/enamel interfaces of two-step self-etching adhesives and multimode one-bottle self-etching adhesives. *J Adhes Dent* 2016;18:223-229.
32. Schittly E, Bouter D, Le Goff S, et al. Compatibility of five self-etching adhesive systems with two resin luting cements. *J Adhes Dent* 2010;12:137-142.
33. Shimada Y, Antonucci JM, Schumacher Ge, McDonough WG, Tagami J. effects of regional tooth structure and sectioning orientation on micro-shear bond strength. In: 3rd International Kuraray Symposium Advanced Adhesive Dentistry, 1999, Granada, espanha. *Annals of 3rd International Kuraray Symposium Advanced Adhesive Dentistry* 1999:91-103.
34. Shimada Y, Kikushima D, Tagami J. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. *Am J Dent* 2002;15:373–377.
35. Shimada Y, Tagami J. Effects of regional enamel and prism orientation on resin bonding. *Oper Dent* 2003;28:20–27.
36. Shinchi MJ, Soma K, Nakabayashi N. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. *Dent Mater* 2000;16:324-329.

37. Takamizawa T, Barkmeier W W, Latta MA, Berry TP, Tsujimoto A, Miyazaki M. Simulated wear of self-adhesive resin cements. *Oper Dent* 2016;41:327–338.
38. Tsuchiya S, Nikaido T, Sonoda H, Foxton RM, Tagami J. Ultrastructure of the Dentin-Adhesive Interface after Acid-base Challenge. *J Adhes Dent* 2004;6:183-190.
39. Van Landuyt KL, Yoshida Y, Hirata I, Snauwaert J, De Munck J, Okazaki M, Suzuki K, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. *J Dent Res* 2008;87:757-761.
40. 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.
41. Van Meerbeek B, Lambrechts P, Inokoshi S, et al. Factors affecting adhesion to mineralized tissues. *Oper Dent* 1992;(suppl 5):111-124.
42. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, et al. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater* 2011;27:17-28.
43. Van Noort R, Noroozi S, Howard IC, Cardew G. A critique of bond strength measurements. *J Dent* 1989;17:61-67.

4. DISCUSSÃO

Dois cimentos resinosos duais (Panavia V5 e Estecem II) com os respectivos primers (Panavia V5 Tooth Primer e Bondomer Lightless) foram testados em esmalte dental humano, em dois diferentes modos: com ou sem condicionamento ácido fosfórico previamente a aplicação do primer.

Para avaliar a resistência de união, o teste de resistência de união ao microcislamento foi escolhido pela sua vantagem de avaliar áreas pequenas (Pashley *et al.*, 1999) e também porque uma melhor distribuição de estresse pode ser realizada; além disso, o procedimento de seccionamento não é necessário para obter espécimes que poderiam produzir micro-fraturas, enfraquecendo-os (Shimada *et al.*, 2002; Shimada *et al.*, 2003; Ferrari *et al.*, 2002).

Os materiais foram utilizados de acordo com os fabricantes. As exceções foram os grupos com condicionamento prévio com ácido fosfórico, quando o ácido fosfórico 35% foi aplicado durante 10s e depois, o espécime foi lavado completamente e seco. Como ocorre com alguns sistemas adesivos que possuem uma capacidade limitada para condicionar o esmalte (Perdigão *et al.*, 2014), os resultados encontrados neste estudo foram de alguma forma esperados. Porque, diferentemente da dentina, o esmalte dental tem um maior conteúdo mineral, com estrutura cristalina (Marshall *et al.*, 1997), que consiste aproximadamente 96% de hidroxiapatita, do peso, e o restante é constituído por água e material orgânico.(Gwinnett, 1994; Van Meerbeek *et al.*, 1992) Para conseguir adesão ao esmalte dental, é necessário um embricamento micromecânico pela difusão dos monômeros após pré-condicionamento e polimerização (Shinch *et al.*, 2000). Portanto, essas informações corroboram com os resultados do teste de resistência de união ao microcislamento neste estudo, no qual não foi observada diferença significativa entre os cimentos resinosos duais testados, mas presente entre os grupos com condicionamento ácido prévio e autocondicionantes.

A termociclagem submete os espécimes a temperaturas extremas para simular condições intra-orais, gerando contrações repetitivas e tensões de expansão no substrato dental e também no material restaurador testado; devido a essas tensões, as trincas podem se propagar ao longo da interface, permitindo a infiltração

de fluidos e embora não haja evidências do número de ciclos térmicos que possam ser vivenciados *in vivo*, sugere-se uma estimativa de aproximadamente 10.000 ciclos térmicos por ano (Gales *et al.*, 1999).

Como era de se esperar, a resistência de união ao microcislamento de todos os grupos testados neste estudo diminuiu com o envelhecimento pela termociclagem. O Panavia V5, no modo autocondicionante e com condicionamento ácido prévio, não mostrou diferenças estatisticamente significativas entre 5.000 e 10.000 ciclos térmicos; o mesmo aconteceu com o Estecem II no modo autocondicionante. Mas os três grupos mostraram uma diferença estatisticamente significativa de 0 e 5.000 ou 10.000 ciclos térmicos. Diferentemente, o Estecem II, no modo com condicionamento ácido prévio, não apresentou diferenças estatisticamente significativas entre 0 e 5.000 ciclos térmicos ou entre 5.000 e 10.000 ciclos térmicos, mas foi detectada entre 0 e 10.000 ciclos térmicos. Não foram observadas diferenças estatisticamente significativas entre os cimentos resinosos. Assim, mesmo o 3D-SR sendo um novo monômero funcional comparado com o já bem estabelecido na literatura MDP, este parece ter um desempenho muito bom imediatamente após e também a longo prazo.

Para a análise de padrão de fratura, o CLSM foi o escolhido neste estudo porque, segundo alguns pesquisadores (Van Noort *et al.*, 1989), quando o teste de resistência de união ao cisalhamento é realizado, muitas vezes as tensões podem ser concentradas no substrato e a falha não pode ser considerada na própria interface. Mesmo considerando as dimensões reduzidas do μ SBS, que trazem algumas vantagens em comparação ao teste de resistência ao cisalhamento, obtendo-se dimensões reduzidas dos corpos de prova (Shimada *et al.*, 1999; Shimada *et al.*, 2002), muitas vezes, o mesmo erro pode acontecer e, utilizando o CLSM é possível observar a espessura na localização da fratura, verificando se, no momento do teste, a amostra e o aparelho para o μ SBS estavam corretamente posicionados.

A maioria dos sistemas adesivos, que não pressupõem o condicionamento com ácido fosfórico prévio para a dentina e também para o esmalte dental, tem pH classificado como “leves” (pH > 2) ou “ultra-leves” (pH > 2,5) (Pashley & Tay, 2001; Breschi *et al.*, 2003; Moura *et al.*, 2006; Barkmeier *et al.*, 2009;

Van Meerbeek *et al.*, 2011; Muñoz *et al.*, 2013; Chen&Suh, 2013), essa faixa de pH pode ser eficaz na adesão dentinária, mas pode ser problemática quando o substrato é o esmalte e ainda mais crítico quando o esmalte intacto é considerado (El-Askary *et al.*, 2014; Gary, 2015). O pH do Panavia V5 Tooth Primer é 2,0, dados fornecidos pelo fabricante e o primer aplicado com o cimento Estecem II, o Bondmer Lightless, embora o pH não seja fornecido explicitamente, supõe-se que esteja na mesma faixa considerando o pH de um adesivo experimental contendo o mesmo monômero 3D-SR (pH = 2,0) e medido em estudo anterior (Nikaido *et al.*, 2011). Outro ponto a ser considerado é a correlação direta entre o pH e a compatibilidade dos adesivos universais com os cimentos resinosos autopolimerizáveis e de dupla polimerização (Gary, 2015), quanto mais ácido o adesivo menor é a compatibilidade com esses materiais (Schittly *et al.*, 2010).

Padrões semelhantes de condicionamento do esmalte dental aos que foram encontrados neste estudo, também foram mostrados por Li *et al.* em 2013 e Sato *et al.* em 2016 (Li *et al.*, 2013; Sato *et al.*, 2016). Quando o primer foi aplicado sem prévio condicionamento com ácido fosfórico (Figs. 1 e 2), foi observada a lama dentinária cobrindo toda a superfície e os mínimos sinais do condicionamento ou prismas de esmalte foram observados, revelando que o pH=2,0 não é ácido o suficiente para condicionar a superfície do esmalte dental. Por outro lado, quando o condicionamento prévio com ácido fosfórico foi realizado, foi possível identificar os prismas de esmalte e formato em favo de mel (Figs. 3 e 4).

Como acontece nos sistemas adesivos all-in-one, os primers utilizados com o cimentos resinosos duais neste estudo contêm um ou mais monômeros funcionais, que desempenham papéis importantes no condicionamento do esmalte dental e/ou da dentina, aumentando a penetração de monômeros e também participando do potencial de interação química (Sato *et al.*, 2016). O Tooth Primer Panavia V5 apresenta em sua composição o 10-MDP, um monômero funcional ácido que tem a função de desmineralizar a lama dentinária e também os substratos subjacentes. Para o Bondmer Lightless, o primer usado com o cimento Estecem II, o monômero 3D-SR é um monômero ácido responsável pela desmineralização do substrato dentário e pela adesão aprimorada via interação com o cálcio presente no dente. Em 2011, Nikaido *et al.* avaliaram três sistemas adesivos experimentais contendo três monômeros funcionais: MPD, 3D-SR e 4-META na formação da ABRZ

em esmalte dental/dentina e o valor do pH destes adesivos foram: 1,9 para o MDP, 2,0 para o 3D-SR e 2,2 para o 4-META (Nikaido *et al.*, 2011).

Em 2004, Tsuchiya *et al.* (Tsuchiya *et al.*, 2004). relataram a formação da ABRZ na dentina e, em 2010, Li *et al.* descreveu uma formação similar no esmalte. (Li *et al.*, 2010) Neste estudo, os autores investigaram os efeitos de MDP e Phenyl-P na morfologia da interface adesivo-esmalte dental após o desafio ácido-base e, apenas em adesivos contendo MDP, a ABRZ estava presente no esmalte (Li *et al.*, 2010). Além disso, no estudo citado acima (Nikaido *et al.*, 2011). Nikaido *et al.* confirmaram a formação de ABRZ no esmalte na interface adesiva utilizando adesivo experimental multifuncional utilizando os seguintes monômeros funcionais: MDP, 3D-SR e 4-META. Estes estudos prévios apoiando nossos achados, onde a formação de ABRZ em esmalte dental foi observada em todos os grupos, cujos monômeros funcionais são: 10-MDP e 3D-SR, em Panavia V5 Tooth Primer e Bondmer Lightless, respectivamente.

Além disso, quando o esmalte dental foi previamente condicionado com ácido fosfórico (V5EE e EE), a ABRZ pôde ser claramente detectada mais espessa e irregular. Por outro lado, quando não foi feito nenhum ataque prévio com ácido fosfórico, a ABRZ apresentou-se fina e regular, o que pode ser explicado pelo leve potencial de condicionamento do primer. Essa leve ação do pH também pôde ser observada em microscopia eletrônica de varredura nos padrões de condicionamento, como descrito acima. Em um estudo anterior (Li *et al.*, 2010), o mesmo padrão de formação de ABRZ foi mostrado quando o ácido fosfórico foi utilizado com adesivo autocondicionante.

O mecanismo de formação da ABRZ no esmalte ainda não está tão claro, mas suspeita-se que a penetração dos monômeros funcionais nas microporosidades criadas no esmalte, pelo primer ou pelo condicionamento ácido fosfórico prévio e a interação química entre o monômero funcional e a hidroxiapatita podem beneficiar a formação da ABRZ (Marshall *et al.*, 1997; Li *et al.*, 2010; Mine *et al.*, 2010; Nikaido *et al.*, 2011).

Para este estudo, a superfície do esmalte dental utilizada foi previamente planificada com discos de lixa com intuito de simular um preparo, mas o esmalte

dental intacto também é relevante para a clínica e sugerido para outros estudos, considerando a idéia de preparações minimamente invasivas e intervenções estéticas quando restaurações indiretas podem ser cimentadas mesmo sem preparação. Além disso, os cimentos resinosos testados são de polimerização dual, portanto, um outro estudo possível é avaliar apenas a polimerização química desses mesmos cimentos no teste de resistência de união ao microcislamento.

5. CONCLUSÃO

Considerando as limitações do presente estudo *in vitro* e com base nos resultados encontrados, pode-se concluir que o condicionamento com ácido fosfórico previamente à aplicação dos cimentos resinosos autocondicionantes duais afetou positivamente a resistência de união, a formação da ABRZ e o padrão de condicionamento da superfície do esmalte.

6. REFERÊNCIAS

ABO-HAMAR, S.E. et al. Bond strength of a new universal self-adhesive resin luting cement to dentin and enamel. **Clinical Oral Investigations**, v. 9, n. 3, p. 161–167, Sep. 2005.

BARKMEIER, W.W. et al. Effect of enamel etching time on roughness and bond strength. **Operative Dentistry**, v. 34, n. 2, p. 201-222, Mar-Apr. 2009.

BOWEN, R. L. Properties of a silica reinforced polymer for dental restorations. **Journal of the American Dental Association**, v. 66, p. 58-64, Jan. 1963.

BRESCHI, L. et al. Ultra-morphology of self-etching adhesives on ground enamel: a high resolution SEM study. **American Journal of Dentistry**, v. 16, p. 57A-62A, Sep. 2003.

BUONOCORE, M.G. et al. A report on a resin composition capable of bonding to human dentin surfaces. **Journal of Dental Research**, v. 35, n.6, p. 846-851, Dec. 1956.

BUONOCORE, M.G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **Journal of Dental Research**, v. 34, n. 6, p. 849-53, Dec. 1955.

BURKE, F.J.; WATTS, D.C. Fracture resistance of teeth restored with dentin-bonded

crowns. **Quintessence International**, v. 25, n. 5, p. 335–340, May 1994.

CHEN, L.; SUH, B. I. Effect of hydrophilicity on the compatibility between a dual-curing resin cement and one-bottle simplified adhesives. **Journal of Adhesive Dentistry**, v. 15, n. 4, p. 325-331, Aug. 2013.

DA ROSA RODOLPHO, P.A. et al. 22-year clinical evaluation of the performance of two posterior composites with different filler characteristics. **Dental Materials**, v. 27, n. 10, p. 955–963, Oct. 2011.

DEMARCO, F.F. et al. Longevity of posterior composite restorations: not only a matter of materials. **Dental Materials**, v. 28, n.1, p. 87-101, Jan. 2012.

DIETSCHI, D. et al. In vitro resistance to fracture of porcelain inlays bonded to tooth. **Quintessence International**, v. 21, n. 10, p. 823–831, Oct. 1990.

EISENBURGER, M. et al. Acidic solubility of luting cements. **Journal of Dentistry**, v. 31, n. 2, p. 137–142, Feb. 2003.

EL-ASKARY FS, et al. Micro-shear bond strength of universal adhesives to uncut enamel [abstract]. **Journal of Dental Research**, v.93(spec iss B). Abstract 1139, 2014.

FERRARI, M. et al. Microtensile bond strength tests: scanning electron microscopy evaluation of sample integrity before testing. **European Journal of Oral Sciences**, v. 110, n. 5, p. 385–391, Oct. 2002.

FUSAYAMA, T. et al. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. **Journal of Dental Research**, v. 58, n. 4, p. 1364-1370, Apr. 1979.

GAGE, J.P. et al. *Collagen and Dental Matrices*. 1 ed. Butterworth & Co. Ltd, 1989.

GALE, M.S.; DARVELL, B.W. Thermal cycling procedures for laboratory testing of dental restorations. **Journal of Dentistry**, v. 27, n.2, p. 89-99, Feb. 1999.

GARY, A. Universal adhesives: the next evolution in adhesive dentistry? **Compendium of Continuing Education in Dentistry**, v. 36, n. 1, p. 15-26, Jan. 2015.

GWINNETT, A. J. Bonding basics: What every clinician should know. **Esthetic Dent Update**, v. 5, n.2, p. 35-41, 1994.

HIKITA, K. et al. Bonding effectiveness of adhesive luting agents to enamel and dentin. **Dental Materials**, v. 23, n.1, p. 71, Jan. 2007.

HILL, E.E.; LOTT, J. A clinically focused discussion of luting materials. **Australian Dental Journal**, v. 56 (Suppl. 1), p. 67-76, Jun. 2011.

Li, N. et al. Phosphoric acid-etching promotes bond strength and formation of acid - base resistant zone on enamel. **Operative Dentistry**, v. 38, n. 1, p. 82-90, Jan-Feb. 2013.

Li, N. et al. The role of functional monomers in bonding to enamel: acid-base resistant zone and bonding performance. **Journal of Dentistry**, v. 38, n. 9, p. 722-730, Sep. 2010.

MAK, Y. F. et al. Micro-tensile bond testing of resin cements to dentin and indirect resin composite. **Dental Materials**, v. 18, n. 8, p. 609–621, Dec. 2002.

MARSHALL, G.W. JR. et al. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. **Journal of Dentistry**, v. 25, n. 6, p. 441-458, Nov. 1997.

MINE, A. et al. Enamel-smear compromises bonding by mild self-etch adhesives. **Journal of Dental Research**, v. 89, n. 12, p. 1505-1509, Dec. 2010.

MOURA, S.K. et al. Does the acidity of self-etching primers affect bond strength and surface morphology of enamel? **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 8, n. 2, p. 75-83, Apr. 2006.

MUÑOZ, M.A. et al. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. **Journal of Dentistry**, v. 41, n. 5, p. 404-411, May 2013.

NAKABAYASHI, N.; TAKARADA, K. Effect of HEMA on bonding to dentin. **Dental Materials**, v. 8, n. 2, p. 125-30, Mar. 1992.

NAKAMURA, T. et al. Mechanical properties of new self-adhesive resin- based cement. **Journal of Prosthodontic Research**, v. 54, n.2, p. 59–64, Apr. 2010.

NIKAIDO, T. et al. New strategy to create "Super Dentin" using adhesive technology: Reinforcement of adhesive-dentin interface and protection of tooth structures. **The Japanese Dental Science Review**, v. 47, n. 1, p. 31-42, Feb. 2011.

NIKAIDO, T. et al. Nanoleakage in Hybrid Layer and Acid-Base Resistant Zone at the Adhesive/Dentin Interface. **Microscopy and Microanalysis**, v. 21, n. 5, p.1271-1277, Oct. 2015.

NIKAIDO, T. et al. Assessment of the nanostructure of acid-base resistant zone by the application of all-in-one adhesive systems: super dentin formation. **Bio-medical Materials and Engineering**, v. 19, n. 2-3, p. 163-171, 2009.

NIKAIDO, T. et al. Effect of functional monomers in all-in-one adhesive systems on formation of enamel/dentin acid-base resistant zone. **Dental Materials Journal**, v. 30, n.5, p. 576–582, Sep. 2011.

OPDAM, N.J. et al. Longevity of posterior composite restorations: a systematic review and meta-analysis. **Journal of Dental Research**, v. 93, n. 10, p. 943–949, Oct. 2014.

ÖZCAN, M.; BERNASCONI, M. Adhesion to zirconia used for dental restorations: a systematic review and meta-analysis. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 17, n. 1, p. 7-26, Feb. 2015.

PASHLEY, D.H. et al. The microtensile bond test: a review. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 1, n.4, p. 299–309, Winter 1999.

PASHLEY, D.H.; TAY, F.R. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. **Dental Materials**, v. 17, n.5, p. 430-444, Sep. 2001.

PERDIGÃO, J. et al. Enamel etching patterns of universal adhesives – FESEM analyses. **Journal of Dental Research**, v. 93A, p. 474, 2014.

PEREIRA, P.N. et al. Removal of no collagenous components affect dentin bonding. **Journal of Biomedical Materials Research Part B Applied Biomaterials**, v. 80, n. 1, p. 86-91, Jan. 2007.

RADOVIC, I. et al. Self- adhesive resin cements: a literature review. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.10, n.4, p. 251-258, Aug. 2008.

REIS, A.F. et al. Cap. 8 - Adesão em Odontologia Estética. In: *Fonseca M. Estética Contemporânea: Sinergia, Design e Tecnologia*. São Paulo: Quintessence Editora, p.171-181, 2017.

RETIEF, D.H. et al. Effect of conditioning the enamel surface with phosphoric acid. **Journal of Dental Research**, v.52, n. 2, p. 333-41, Mar-Apr. 1973.

SATO, T. et al. Morphological evaluation of adhesive/enamel interfaces of two-step self-etching adhesives and multimode one-bottle self-etching adhesives. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.18, n.3, p. 223-229, 2016.

SCHITTLY, E. et al. Compatibility of five self-etching adhesive systems with two resin luting cements. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v.12, n.2, p.137-142, Apr. 2010.

SHIMADA, Y. et al. Effects of regional tooth structure and sectioning orientation on micro-shear bond strength. In: 3rd International Kuraray Symposium Advanced Adhesive Dentistry, 1999, Granada, Espanha. **Annals of 3rd International Kuraray Symposium Advanced Adhesive Dentistry**, p. 91-103, 1999.

SHIMADA, Y. et al. Micro-shear bond strength of resin-bonding systems to cervical enamel. **American Journal of Dentistry**, v.15, n. 6, p. 373–377, Dec. 2002.

SHIMADA, Y.; TAGAMI, J. Effects of regional enamel and prism orientation on resin bonding. **Operative Dentistry**, v. 28, n. 1, p. 20–27, Jan-Feb. 2003.

SHINCHI, M.J. et al. The effect of phosphoric acid concentration on resin tag length and bond strength of a photo-cured resin to acid-etched enamel. **Dental Materials**, v.16, n. 5, p. 324-329, Sep. 2000.

SILVERSTONE, L. M. et al. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by electron microscopy. **Caries Research**, v. 9, n. 5, p. 373-387, 1975.

TAKAMIZAWA, T. et al. Simulated wear of self-adhesive resin cements. **Operative Dentistry**, v. 41, n. 3, p. 327–38, May-Jun. 2016.

TOLEDANO, M. et al. Microleakage and SEM interfacial micromorphology of amalgam restorations resing three adhesive systems. **Journal of Dentistry**, Kindlington, v. 28, n. 6, p. 423-428, Aug. 2000.

TSUCHIYA, S. et al. Ultrastructure of the Dentin-Adhesive Interface after Acid-base Challenge. **The Journal of Adhesive Dentistry**, v. 6, n. 3, p. 183-190, Autumn 2004.

VAN LANDUYT, K. L. et al. Influence of the chemical structure of functional monomers on their adhesive performance. **Journal of Dental Research**, v. 87, n. 8, p. 757-761, Aug. 2008.

VAN MEERBEEK, B. et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. **Operative Dentistry**, v. 28, n. 3, p. 215–35, May-Jun. 2003.

VAN MEERBEEK, B. et al. Factors affecting adhesion to mineralized tissues. **Operative Dentistry**, (suppl 5), p. 111-124, 1992.

VAN MEERBEEK, B. et al. State of the art of self-etch adhesives. **Dental Materials**, v. 27, n. 1, p. 17-28, Jan. 2011.

VAN MEERBEEK, B. et al. The clinical performance of adhesives. **Journal of Dentistry**, Kindlington, v. 26, n. 1, p. 1-20, Jan. 1998.

VAN NOORT, R. et al. A critique of bond strength measurements. **Journal of Dentistry**, v. 17, n.2, p. 61-67, Apr. 1989.