

Rodrigo Sversut de Alexandre

**Influência da temperatura de três sistemas adesivos na
resistência de união e na interação com esmalte bovino
abrasionado**

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Mestre em clínica odontológica – Área de concentração em Dentística.

Orientador: José Roberto Lovadino

Banca Examinadora:

Prof. Dr. André Figueiredo Reis

Prof. Dr. Luis Alexandre M. S. Paulillo

Prof. Dr. José Roberto Lovadino

PIRACICABA
2009

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

AL27i	Alexandre, Rodrigo Sversut de. Influência da temperatura de três sistemas adesivos na resistência de união e na interação com o esmalte bovino abrasionado. / Rodrigo Sversut de Alexandre. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2009. Orientador: José Roberto Lovadino. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba. 1. Dentística. 2. Resistência de materiais. I. Lovadino, José Roberto. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (mg/fop)
-------	--

Título em Inglês: The influence of temperature of three adhesive systems on bonding to ground enamel

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dentistry. 2. Tensile strength

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: José Roberto Lovadino, André Figueiredo Reis, Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo

Data da Defesa: 10-03-2009

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 10 de Março de 2009, considerou o candidato RODRIGO SVERSUT DE ALEXANDRE aprovado.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "José Roberto Lovadino".

PROF. DR. JOSÉ ROBERTO LOVADINO

A handwritten signature in blue ink, appearing to read "André Figueiredo Reis".

PROF. DR. ANDRÉ FIGUEIREDO REIS

A large, stylized handwritten signature in blue ink, appearing to read "Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo".

PROF. DR. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho à DEUS, que iluminou os caminhos percorridos por mim durante esta jornada, me carregando em seus braços.

.....à meus Pais, minha irmã e meus avós, os quais me deram força e confiança para continuar caminhando no momento mais difícil da minha vida.

.....à minha noiva Andréia, pelo amor e carinho dedicado à mim, por ter me acompanhado nos momentos em que estive sem forças para levantar a cabeça e enfrentar o mundo, quando só as lágrimas eram meu refúgio.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. José Roberto Lovadino, que me deu a oportunidade de me redimir o erro cometido. Lova meus sinceros agradecimentos.

Ao Prof Renato Herman Sundfeld, Prof André Fraga Briso e todos os professores e funcionários do Departamento de Dentística do FOA-UNESP pela grande amizade e pela confiança nestes momentos tão difícil, além de me concederem a oportunidade de utilizar as instalações do departamento.

Aos professores do Departamento de Dentística de Piracicaba, pela grande contribuição na minha formação.

Aos meus grandes amigos Marcelo, Andrea e Vanessa Ruiva, por serem mais do que amigos, serem meus irmãos. Além disso, gostaria de agradecer-los pela grande contribuição na confecção deste trabalho e na minha formação. Obrigado pelos grandes momentos de alegria e preocupação gastos comigo.

Às minhas grandes amigas da turma de mestrado: Maria Cecília e Cristiane pela grande ajuda, amizade, convívio e companheirismo durante todo esse tempo.

Aos colegas do doutorado e mestrado, por toda amizade durante todo esse tempo.

Aos funcionários do departamento de dentística, Pedro Justino, Mônica e Fernanda, pela ajuda e paciência durante esse tempo, tornaram mais tranqüila minha estadia.

Aos funcionários responsáveis pelo microscópio eletrônico de varredura, Eliene e Adriano, pela imensa ajuda e paciência, contribuíram grandemente na confecção do trabalho e com a minha formação.

Ao Laboratório Nacional de Luz Síncrotron, na pessoa de Dr. Angelo Luiz Gobbi, por ceder a estrutura do departamento de microfabricação para a confecção deste trabalho.

Ao Departamento de materiais dentários, na pessoa do

Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti, por ceder as instalações para realização deste trabalho.

À faculdade de Odontologia de Piracicaba, na pessoa do seu diretor, Prof. Dr. Francisco Haiter Neto, onde tive a oportunidade de dar um grande passo na minha formação intelectual e científica.

A todas as pessoas que contribuíram para realização deste trabalho, direta ou indiretamente, meus agradecimentos.

EPÍGRAFE

Assim mesmo

"Muitas vezes as pessoas são ilógicas e insensatas. Perdoe-as assim mesmo.

Se você é gentil, as pessoas podem acusá-la de egoísta, interesseira. Seja gentil assim mesmo.

Se você é vencedora; terá alguns falsos amigos e alguns inimigos verdadeiros. Vença assim mesmo.

Se você é honesta e franca as pessoas podem enganá-la. Seja honesta e franca assim mesmo.

O que você levou anos para construir alguém pode destruir de uma hora para outra. Construa assim mesmo.

O bem que você faz hoje pode ser esquecido amanhã. Faça-o assim mesmo.

Dê ao mundo melhor de você, mas isso não pode ser o bastante. Dê o melhor de você assim mesmo.

Veja você que no final das contas, é entre você e Deus. Nunca entre você e as pessoas."

(Madre Teresa de Calcutá)

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar a influência da temperatura do adesivo na resistência à microtração (μ T) de um convencional de frasco único, Primer & Bond NT (PBNT) e dois adesivos autocondicionante, Clearfil SE Bond (SEB) e Adper Prompt L-Pop (PLP). Adicionalmente, foram analisados o padrão de condicionamento (PC) e a interface resina-esmalte (IRE). Foram utilizados 63 dentes bovinos divididos em 3 grupos ($n=21$) de acordo com o adesivo. Cada grupo foi subdividido em 3 sub-grupos de acordo com a temperatura do adesivo (NORM = 20 °C; FRIO = 5 °C; QNT = 40 °C). Os dentes tiveram sua face vestibular média planificada com lixas de granulação 320, 400 e 600 de SiC e abrasionada com uma ponta diamantada por 10s. Os sistemas adesivos foram aplicados segundo as instruções do fabricante e a resina composta em incrementos 2mm de espessura. Cada incremento foi polimerizado por 40s. Em seguida, os espécimes foram cortadas no sentido méso-distal, sendo a metade cervical destinada a análise da interface e a incisal destinada ao teste de μ T, realizado em máquina de ensaio universal. Para cada espécime, 4 amostras do tipo “Hour Glass” foi testado e o padrão de fratura avaliado. Para o PC foram confeccionados 2 blocos para cada sub-grupo (14), os quais receberam o mesmo tratamento de superfície dos espécimes utilizados para o teste de μ T, porém as superfícies foram lavadas após a aplicação da solução ácida. Para a análise da interface, estas foram polidas e limpas através da aplicação de plasma de argônio e foram, juntamente com os espécimes do padrão de condicionamento, preparados para visualização em MEV. Os valores de resistência à μ T foram analisados pelo teste ANOVA/Tukey ($p<0,05$). Na temperatura NORM não houve diferença estatística entre os adesivos, porém no FRIO a resistência à μ T dos adesivos PBNT e PLP foram menores que a do SEB. Na temperatura QNT houve uma redução na resistência à μ T dos adesivos SEB e PLP. Dentro de cada adesivo, o SEB aquecido, foi o único que reduziu sua resistência. O

padrão de fratura mostrou maior incidência de fraturas coesivas em esmalte para o adesivo PBNT. Porém, os adesivos autocondicionantes mostraram uma predominância de fraturas adesivas/ coesivas e adesivas. O aspecto da interface e do padrão de condicionamento foi dependente da temperatura e do adesivo. O grupo PLP foi o que mais se aproximou do grupo com condicionamento ácido prévio, porém apenas na temperatura ambiente. Através dos resultados deste estudo, pode-se concluir que os adesivos autocondicionantes apresentam menor agressividade de desmineralização em relação ao ácido fosfórico e são influenciados pela alteração da temperatura.

ABSTRACT

This study evaluated the influence of adhesive temperature on microtensile (μ T) bond strength of a total-etch adhesive, Primer&Bond NT (PBNT) and two self-etching adhesives, Clearfil SE Bond (SEB) and Adper Prompt L-Pop (PLP). Additionally, the etch patterns (EP) and resin-enamel interface were analyzed. Sixty-three bovine incisors were randomly divided into 3 experimental groups (N=21) according to the adhesive. Each group was subdivided into 3 sub-groups according to the temperature (NORM = 20°C; FRIO = 5°C; QNT = 40°C). The buccal enamel surfaces were flattened with 320, 400, 600-grit SiC paper and abrasioned with a diamond bur for 10s under water coolant. The adhesive were applied according to the manufacturers' instructions and resin was incrementally placed in 2mm thick. Each resin increment was light cured for 40s. The specimens were sectioned in the middle. For the μ T test was used incisal center, accomplished in a universal testing machine, 4 "hour glass" type specimens were tested, after was fractures type classified. The cervical middle was used for interface analyze. The sections were polished and cleaned with Argon Plasma. For the EP, 24 fragments received the same treatment of the specimens used for μ T, but the surface was rinsed off after the application of the acidic solutions. EP and interface analyze were examined under a scanning electron microscope (SEM). The bond strength data were analyzed by ANOVA/Tukey test ($p<5\%$). No significant differences were found for NORM adhesives. However, for FRIO, PBNT and APLP presented the lower bond strength means significantly differing from SEB. For QNT, the SEB and PLP presented the lowest bond strength means. Within each adhesive, the SEB used in a QNT, was the only one to present a reduction in a bond strength. There was a more enamel cohesive fracture type to PBNT. However, the self-etching adhesive presented adhesive/cohesive fracture types. The interface aspect was temperature and adhesive depended. When the APLP was applied in normal temperature there

was greater similarity with the group PBNT. The result of this study was concluded that the self-etching showed a least aggressive etch patterns in relation to the Phosphoric acid and temperature change influenced adhesive μ T bond strength and EP. However, they were adhesive and temperature dependent.

SUMÁRIO

1- INTRODUÇÃO	01
2- PROPOSIÇÃO	07
3- CAPÍTULO 1	08
5.1 – Clinical significance	09
5.2 – Abstract	09
5.3 – Introduction	10
5.4 – Materials and Methods	12
5.5 – Results	16
5.6 – Discussion	19
5.7 – References	25
5.8 – Figures and Table	28
4- APÊNDICE	36
Materiais e Métodos	36
5- REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56
6- ANEXO 1	63
7- ANEXO 2	67
8- ANEXO 3	68
9- ANEXO 4	69

1- INTRODUÇÃO

O desenvolvimento da técnica do condicionamento ácido no esmalte dental previamente à aplicação de um material resinoso hidrófobo tem exercido considerável efeito na eficiência da união de materiais resinosos nesse substrato; hoje essa efetividade pode ser comprovada através diversos trabalhos clínicos, entre eles, os relacionados com a realização do selamento de fóssulas e fissuras, relatados por Simonsen em 1991 e por Sundfeld *et al.* em 2004, os quais avaliaram a retenção, durante 15 e 11 anos após suas realizações, respectivamente.

O processo de união dos materiais adesivos à esse substrato, condicionado por ácidos, é considerado de natureza micromecânica, pelo fato do agente condicionador, possibilitar a formação de microporosidades, as quais permitem a penetração, por capilaridade, dos sistemas adesivos formando com isso os prolongamentos resinosos (*tags*), que promoverão embricamento mecânico altamente eficaz para a retenção do material resinoso à essa superfície do esmalte (Buonocore, 1955; Gwinnett, 1971; Perdigão *et al.*, 1999).

Com o intuito de possibilitar uma adesão eficiente, tanto em esmalte como em dentina, novos materiais e técnicas para a realização do condicionamento dos tecidos dentais têm sido propostos. Desta forma, foram desenvolvidos os sistemas adesivos dispostos em frascos duplos, em seguida os de frasco único, ambos utilizando a técnica do condicionamento dos substratos dentais com ácido fosfórico (Kanca, 1997; Vargas *et al.*, 1997).

Mais recentemente, foram desenvolvidos adesivos mais simplificados, os quais empregam monômeros ácidos e hidrófilos para o condicionamento da superfície dental. Estes adesivos são capazes de penetrar simultaneamente ao condicionamento dos substratos. Os sistemas adesivos com estas características passaram a ser denominados autocondicionantes.

Tais adesivos estão dispostos em dois frascos, sendo um o Primer ácido, o qual é formado pela mistura de monômeros ácidos ou derivados, monômeros hidrófilos e água; já o segundo frasco compõe a fase hidrófoba deste sistema, sendo composta por monômeros hidrófilos e hidrófobos. O caráter ácido destes monômeros se dá pela presença de radicais fosfato, o qual é capaz de desmineralizar a estrutura dental; enquanto que o componente metacrilato é responsável pelo arranjo tridimensional das moléculas através da co-polimerização e subsequente formação das cadeias poliméricas e as ligações cruzadas, tanto entre as moléculas pertencentes ao sistema de união, quanto às presentes na resina composta.

Um dos fatos peculiares a esses materiais está relacionado com a redução do número de passos clínicos a serem realizados durante a sua aplicação, como a não remoção dos produtos provenientes da desmineralização dental, assim como dos resíduos ácidos, que passam a ser parte constituinte dos agentes de união após a polimerização (Chigira *et al.*, 1994; Watanabe *et al.*, 1994).

Os adesivos autocondicionantes, por possuírem baixos valores de pH, (Pashley & Tay, 2001; Watanabe *et al.*, 1994) são capazes de condicionar a superfície, abolindo a necessidade do agente condicionador; possibilitando, com isso, também a simplificação dos passos clínicos da técnica e uma economia de tempo operatório. Além disso, eles possibilitam menor discrepância entre a profundidade de tecido dental descalcificado e a profundidade de infiltração do adesivo (Cehreli & Altay, 2000; Walker *et al.*, 2000), bem como a não remoção completa da *smear layer* dentinária, podendo, com isso, diminuir a ocorrência de sensibilidade pós-operatória (Frey, 2000; Opdam *et al.*, 1998).

Seguindo o mesmo conceito, os sistemas denominados *all-in-one* foram introduzidos por volta de 1999. Este sistema consiste em uma única solução composta de monômeros ácidos, solventes, diluentes e água (Frey, 2000). Semelhante aos autocandicantes de 2 passos, o sistema *all-in-one* é

capaz de desmineralizar e infiltrar o tecido dental, além de possibilitar a copolimerização com o material restaurador (Frey, 2000).

Miyazaki *et al.*, em 2002, ressaltaram que a aplicação sob fricção desta solução pelo tempo mínimo de 15 segundos, é capaz de promover a dissolução da *smear layer* e hidroxiapatita, assim como a formação de um padrão de condicionamento (Miyazaki *et al.*, 2002). Após evaporação do solvente, forma-se uma fina camada de adesivo, a qual segundo Frey, em 2000, é suficiente para estabelecer a retenção micromecânica do material restaurador.

Cabe, na oportunidade, ressaltar que a técnica adesiva em esmalte utilizando a solução de ácido fosfórico tem sido estudada *in vitro* e *in vivo*, sendo considerada clinicamente estável (Barkmeier *et al.*, 1986; Gilpatrick *et al.*, 1991; Munechika *et al.*, 1984; Swift *et al.*, 1995) e com resultados, consideravelmente, superiores aos apresentados pelos autocondicionantes (De Munck *et al.*, 2003b; Opdam *et al.*, 1998), principalmente quando diante da sua efetividade no condicionamento de substrato adamantino de dente permanente intacto. O fato do pH desses sistemas serem relativamente maiores que o apresentado pelo ácido fosfórico e considerando, ainda, a presença da camada aprismática do esmalte ácido resistente (Kanemura *et al.*, 1999; Pashley & Tay, 2001; Tay *et al.*, 2004), podem levar a obtenção de menores valores de resistência de união, maiores níveis de infiltração marginal (Hara *et al.*, 1999; Kanemura *et al.*, 1999; Perdigão & Geraldini, 2003) e de tags resinosos mais curtos (dos Santos *et al.*, 2008; Sundfeld *et al.*, 2005; Sundfeld *et al.*, 2006).

Por outro lado, alguns adesivos autocondicionantes quando aplicados sobre a superfície de esmalte desgastado podem apresentar resistência de união efetiva e estável (Barkmeier *et al.*, 1995; Cardoso *et al.*, 2002; Hannig *et al.*, 1999; Kanemura *et al.*, 1999; Shimada *et al.*, 2002a; Shimada *et al.*, 2002b; Wang *et al.*, 2004). Características adicionais, como a baixa sensibilidade pós operatória (Carvalho *et al.*, 2004; Christensen, 2001;

Christensen, 2002; Opdam *et al.*, 1998; Unemori *et al.*, 2004; Carvalho, 2004 #72003), união química às estruturas minerais (Hannig *et al.*, 2002) e efetiva resistência de união à dentina poderiam torná-los alternativas clínicas viáveis (Jacques & Hebling, 2005; Perdigão *et al.*, 1997; Prati *et al.*, 1998; Watanabe *et al.*, 1994).

Os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único, também conhecido como “*all-in-one*” apresentam poder de condicionamento semelhante ao obtido com o ácido fosfórico gel tanto em esmalte intacto como em abrasionado (Pashley & Tay, 2001; Van Meerbeek *et al.*, 2003). No entanto, em virtude de diversos fatores tais como pH da solução, concentração de monômeros hidrófilos e a dificuldade de evaporação do solvente, estes sistemas têm sido inadequados para o uso clínico devido aos baixos valores de resistência de união quando comparados aos sistemas adesivos convencionais (De Munck *et al.*, 2003a; Inoue *et al.*, 2003; Lopes *et al.*, 2004; Van Meerbeek *et al.*, 2003).

O procedimento adesivo tanto, dos adesivos convencionais como dos autocondicionantes, apresentam uma sequência de reações químicas complexas, com as reações de polimerização e de copolimerização, podendo sofrer o efeito de vários fatores. Dentre eles, podem ser destacados a estrutura dos monômeros empregados, a composição do sistema resinoso e a temperatura (Andrzejewska, 2001).

A temperatura apresenta uma relevância prática alta na cinética da reação de fotopolimerização, pois com o aumento da temperatura há uma maior mobilidade molecular devido à baixa viscosidade (Bausch *et al.*, 1981; Daronch *et al.*, 2005; Lovell *et al.*, 1999; Lovell *et al.*, 2001). Este fato pode influenciar na reatividade do monômero, tamanho das cadeias e no grau de ligações cruzadas, o que pode levar à formação de polímeros com propriedades físicas e mecânicas melhores (Daronch *et al.*, 2005; Ferracane, 1985; Ferracane & Condon, 1992; Ferracane *et al.*, 1995; Ferracane, 2005; Lovell *et al.*, 1999).

No entanto, o impacto da temperatura sobre a adesão tem sido pouco estudado, principalmente para os adesivos autocondicionantes. Estudos prévios demonstraram que fatores, tais como a temperatura e umidade relativa podem influenciar a adesão (Burrow *et al.*, 1995; Nystrom *et al.*, 1998). A alteração da temperatura modifica a viscosidade do material polimérico, o que leva à alteração da capacidade de penetração, dissolução, tempo de evaporação do solvente e no grau de conversão, tendo reflexo nas propriedades físicas e mecânicas da adesão (Hagge *et al.*, 1999; Kanca, 1998; Spohr *et al.*, 2001). Para os adesivos autocondicionantes, além da polimerização temos as reações de desmineralização, que como qualquer reação iônica, pode ser influenciada pela temperatura.

Considerando a água, o álcool e a acetona como os solventes comumente presentes no material adesivo (Kanca, 1996; Kanca, 1998), temos que considerar que a alteração da temperatura da mistura adesiva, alterar-se-á a pressão de vapor desta mistura (Carvalho *et al.*, 2004). Desta forma, com o seu aumento ou resfriamento, haverá um aumento ou uma redução na evaporação do solvente, respectivamente.

Tem sido relatado, também, que a excessiva ou reduzida evaporação da água em função do tempo, influencia diretamente na qualidade e na resistência de união dos adesivos autocondicionante (Hannig *et al.*, 1999; Kanemura *et al.*, 1999; Perdigao & Geraldeli, 2003; Tay & Pashley, 2001; Tay *et al.*, 2004), uma vez que a sua permanência na camada adesiva em grande quantidade possibilitará a manutenção de um pH baixo, interferindo negativamente na reação de polimerização dos adesivos (Pashley & Tay, 2001). Por outro lado, com a evaporação rápida do solvente, ocorrerá um aumento do pH do sistema adesivo e redução da capacidade de demineralização e infiltração, ou seja, haverá a redução da capacidade de molhamento e de solubilização do sistema adesivo (Jacobsen & Soderholm, 1995).

Os sistemas adesivos geralmente estão sujeitos às alterações de temperatura. Dentre elas as baixas temperaturas, que podem ser alcançadas durante o armazenamento em refrigerador, atingindo aproximadamente 5°C. Por outro lado, a elevação da temperatura próximo a 40°C, pode ser alcançada em locais próximo à estufas, incidência direta de luz solar, ou até mesmo em consultórios localizados em regiões com temperatura ambiente elevada.

Diante do exposto é relevante o conhecimento da influência de diferentes temperaturas na efetividade da união esmalte/adesivo.

2- PROPOSIÇÃO

O propósito deste estudo foi avaliar “*in vitro*” a influência da temperatura do adesivo na resistência de união e na interação de três sistemas adesivos com esmalte abrasionado, sendo um convencional de frasco único que utiliza ácido fosfórico como condicionador e outros dois adesivos autocondicionantes, através da:

- 1) Avaliação da resistência de união por microtração
- 3) Classificação dos padrões de fratura.
- 2) Análise em microscopia eletrônica de varredura (MEV) do padrão de condicionamento e da interface de união resina-esmalte.

3- Capítulo 1

The influence of temperature of three adhesive systems on bonding to ground enamel

Operative Dentistry. 2008 May-Jun;33(3):272-81.

Rodrigo Sversut de Alexandre, DDS, MS, Ungraduate student of Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School – UNICAMP, Piracicaba, Brazil. (alexandre.rs@fop.unicamp.br)¹

Renato H. Sundfeld, DDS, MS, PhD, Associate Professor – Department of Restorative Dentistry – Araçatuba Dental School – UNESP, Brazil. (sundfeld@foa.unesp.br)²

Marcelo Giannini, DDS, MS, PhD, Associate Professor - Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School – UNICAMP, Brazil (giannini@fop.unicamp.br)¹.

José Roberto Lovadino, DDS, MS, PhD, Associate Professor - Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School – UNICAMP, Brazil (lovadino@fop.unicamp.br)¹

¹*Av Limeira 901, Piracicaba, SP- CEP 13414-018, Brazil Tel: 55 19 2106 5340.*

²*Rua José Bonifácio 1193, Araçatuba, SP, CEP16015-050, Brazil. - Tel: 55 18 36363349.*

Correspondence:

Rodrigo Sversut de Alexandre - Department of Restorative Dentistry – Piracicaba school of Dentistry – Campinas State University, Av Limeira 901, Piracicaba, SP- CEP 13414-018, Brazil. Email: alexandre.rs@fop.unicamp.br and rodrigoss.alexandre@ig.com.br
Tel: 55 19 2106 5340.

Keywords: ground enamel; temperature; bond strength; adhesive systems

5.1 - CLINICAL SIGNIFICANCE

The temperature of adhesive systems must be considered as an important factor for a good clinical performance of bonding procedures.

5.2 - ABSTRACT

The aim of this study was to evaluate the microtensile bond strength test (μ T), micromorphology of resin-enamel interface (RET) and etching patterns (EP) promoted by the etch-and-rinse adhesive Prime&Bond NT (PB) and two self-etching adhesives Clearfil SE Bond (SE) and Adper Prompt L-Pop (APR) to ground bovine enamel surfaces, when applied at temperatures of 5°C (C), 40°C (H) and 20°C (R). **Materials and methods.** Sixty-three bovine incisors were randomly divided into nine experimental groups (n=7), according to the adhesive systems and temperatures. The buccal enamel surfaces were flattened with 600-grit SiC paper and abraded with a diamond bur under water cooling. The adhesive systems were applied according to the manufacturer's instructions. After restorative procedures, the specimens were sectioned in 5 slabs. Four slabs were prepared for μ T and one for interface analysis. For etching pattern analysis, other 16 bovine enamel fragments were used (n=2). The adhesives were applied and the surfaces were rinsed with organic solvents after application. The specimens for RET and EP analysis were prepared for SEM analysis. **Results.** No significant differences among adhesives were found at R temperature. However, at 5°C, PB and APR presented lower bond strength than SE. At H temperature, higher bond strength was observed for PB than APR and SE. At C and H temperature, formation of the interdiffusion zone was impaired and the treated enamel surfaces presented an undefined EP.

Conclusion: The variation of temperature of bonding agents affected μ T, RET and EP for all materials tested.

5.3 - INTRODUCTION

Development of the enamel acid etching technique previously to application of a hydrophobic resin material has had considerable effect on the bonding efficiency of resin materials¹⁻³. In order to enable efficient adhesion to enamel and dentin, new materials and techniques have been proposed for dental etching⁴. Thus, two-bottle adhesive systems were developed, followed by single-bottle adhesives^{5,6}, which require total etching with phosphoric acid prior to application⁷.

Self-etching adhesives with acidic monomers have been recently introduced; these adhesives are able to etch the dental surface without use of etchants.^{8,9} They are considered user-friendly because of the number of steps required in the bonding protocol⁹⁻¹⁴. Such adhesives can be classified into two-step (acid primer + bonding agent) and one-step systems, also called all-in-one⁴. It has been postulated that all-in-one self-etching adhesive systems present similar etching pattern on intact and ground enamel as that obtained with phosphoric acid^{4,9}. However, some papers have reported that these systems produce lower bond strength values compared with conventional systems using phosphoric acid as etching agent^{4,13,15,16}.

For achievement of an effective bonding procedure, the self-etching adhesive system should meet some aspects, such as dissolution of smear layer, enamel demineralization, penetration, and co-polymerization^{4,17}. With the purpose to accomplish all steps, self-etching formulations became more complex¹⁸. These complex formulations or so-called “difficult” formulations are

formed by different components with different functions¹⁷, which have been shown to slow chemical deterioration during storage time at different temperatures.^{18,19}

The temperature of adhesive systems should be considered during application, since a low temperature of 5°C can be reached during storage in the refrigerator. Higher temperatures around 40°C can be reached at places close to ovens, under direct incidence of sunlight or even in clinical procedures in warmer areas or seasons. These conditions may influence the chemical reactions and consequently interfere with restorative procedures, compromising the quality of bonding to the dental structure and durability¹⁹⁻²¹ However the chemical complexity of each system can make them sensitive to external factors, such as temperature.^{19,20,22-24} Temperature can influence monomer solutions and change some properties, such as viscosity and degree of conversion, which are important for the bonding procedure.²⁵

This study tested the effects of adhesive systems applied to enamel at different temperatures on bond strength, resin-enamel interface and etching pattern micromorphology. The null hypothesis tested was that there is no difference in the effectiveness of adhesive systems when applied on ground enamel at different temperatures.

5.4 - MATERIALS AND METHODS

Microtensile bond strength

This study used an one-bottle conventional adhesive system Prime&Bond NT (PB) (Dentsply Caulk, Milford, DE, USA) and two self etching adhesives: Adper Prompt L Pop (APR) (3M/ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA) and Clearfil SE Bond (SE) (Kuraray Medical Inc, Kurashiki, Japan). Before the test procedure, the sets of materials were stored at refrigerator temperature (4°C). The adhesives were applied at different temperatures: cold 5°C (C), room temperature 20°C (R) and heated 40°C (H).

Sixty-three extracted caries-free bovine incisors were used in this study. After removal of roots, the teeth were cleaned and stored in thymol solution at 0.1%, for no longer than 2 months. The labial surface of each tooth was ground using SiC abrasive papers (320, 400 and 600-grit) under water cooling to create a flat enamel surface. Afterwards, a diamond bur (#4138, KG Sorensen, Barueri, SP, Brazil) was used to abrade the surface using a high-speed handpiece under water for 10s. The teeth were then randomly divided into nine groups (n=7), according to the adhesive systems and temperatures. This n value was obtained after power analysis of 80%, showing that sample size was adequate.

The adhesive systems were placed in eppendorf tubes for heating or cooling. The tubes were partially immersed in water to increase (40°) or decrease (5°C) the adhesive temperature. The Adper Prompt L Pop adhesive did not require storage in eppendorf tubes because of their blister pack

presentation. They were maintained in their own blisters during heating and cooling. The control groups comprised the adhesives used in environmental conditions, with maintenance of 20 °C room temperature.

The adhesive systems were applied following the manufacturers' instructions and their compositions are present in Table 1. Specimens receiving the conventional adhesive system were conditioned with 35% phosphoric acid (Dental Conditioning Gel, Dentsply Caulk, Milford, DE, USA) for 30s. The acid was then rinsed off with distilled water for 15 seconds and air-dried.

Immediately after adhesive application on the ground enamel surfaces, a composite resin block (2mm thick, Esthet X, A₂ shade) was built up over bonded enamel, followed by light-curing (Optilux 501, Sybron Kerr, Danbury, CT, USA) for 40 seconds (600 mW/cm²). The specimens were stored in tap water at 37 °C for 48 hours.

The bonded specimens were serially sectioned into 1-mm thick slabs using a low-speed diamond saw (Isomet; Buehler Ltd, Lake Bluff, IL, USA). Six slabs were selected from each tooth. Two bonded slabs were used for interface analysis and four were used for the microtensile bond strength test; these were trimmed with a superfine diamond bur (#1093, KG Sorensen, Barueri, SP, Brazil) to form hour-glass-shaped bonded specimens with approximately 1 mm² at cross-sectional areas.

The specimens were attached to the grips of the microtensile device with cyanoacrylate glue (Zapit, DVA, Anaheim, CA, USA) and subjected to

bond strength testing in a universal testing machine (Instron 4411, Corona, CA, USA), at a crosshead speed of 0.5mm/min until failure.

The results were expressed in MPa and data were submitted to statistical analysis (two-way ANOVA and Tukey test - $p < 0.05$). The tested specimens were observed under a stereomicroscope to evaluate the percentage of fracture types, with aid of a dye for mineralized tissues.² The fracture patterns for each group are presented in Table 2.

Morphologic analysis of the interface

Each specimen was embedded in epoxy resin (Epoxide - Buehler Ltd., Lake Bluff, IL, USA) and polished with 600-, 800-, 1200-, 2000-grit SiC abrasive papers (Norton, Saint-Gobain Abrasives, Garulhos, SP, Brazil), followed by diamond pastes (6, 3, 1, 0.25 μm - Arotec S.A. Ind, Cotia, SP, Brazil). After polishing, the specimens were ultrasonicated for 30 min.

Specimens were dehydrated in ascending ethanol concentrations, stored for 24 h in oven at 37°C and submitted to conditioning with argon plasma (Plasma Serializes – Anatech Ltd Hayward, CA, USA) for 7min at 100 mTorr of pressure and power of 100 watts. Afterwards, the specimens were sputter-coated with gold (Desk II, Denton Vacuum Inc, NJ, USA) and observed under a scanning electron microscope (JSM - 5600 - JEOL USES, Inc., Peabody, MA, USA).

Analysis of etching pattern

Sixteen bovine incisors were selected for analysis of the conditioning effects of 35% phosphoric acid and self-etching systems. The teeth had their roots removed and the crowns were cleaned and stored in 0.1% of thymol solution. Sixteen enamel fragments measuring 5x6 mm were obtained from the central area of crowns. The specimens had their buccal surfaces flattened, following the same preparation employed for restorative procedures. Two fragments were used for analysis of smear layer and others were used for analysis of the etching pattern promoted by phosphoric acid and by self-etching systems, according to different adhesive temperatures.

Specimens employed for evaluation of the etching pattern with 35% phosphoric acid had their surfaces etched for 30 s. Afterwards, the surfaces were washed for 15 s and air dried. Only the SE Bond Primer was used for the Clearfil SE Bond adhesive system; for the Adper L-Pop Prompt system, the adhesive was applied following the manufacturer's instructions.

For dissolution and removal of resin adhesive solution of self-etching systems, the specimens were thoroughly rinsed with acetone and ethanol solutions. The specimens were dehydrated, sputter-coated and observed using a scanning electron microscope.

5.5 - Results

Microtensile bond strength

The mean bond strength values and standard deviations of the three adhesive systems at the three temperatures are shown in Table 3.

No significant difference in bond strength was observed among the 3 adhesive systems at room temperature. The temperatures of the same adhesive did not present reduction in bond strength, except for the adhesive SE-H. However, when compared at the same temperature, there was statistical difference among adhesives, either cold or heated. For cold adhesives, SE showed the highest bond strength. Among heated adhesives, PB presented the highest values. Analysis of variance detected the interaction between adhesive factors and temperature.

Figure 1 represents a graphic illustration of the percentage of distribution of fracture patterns observed for adhesives PB, SE and APR, when applied at three different temperatures. The adhesive system PB showed high incidence of adhesive and adhesive/cohesive fractures, except for PB-H, which predominantly presented cohesive fractures in resin. The adhesive SE-R presented high incidence of adhesive/cohesive fractures and equivalence in the occurrence of adhesive, cohesive enamel and cohesive resin fractures. SE-C presented the same fracture types; however, when heated, there was high incidence of adhesive fractures (adhesive/cohesive and only adhesive).

The adhesive APR presented high incidence of cohesive adhesive fractures at all temperatures. However, the application of APR-H was related with a relevant amount of enamel fracture.

Interface and etching pattern morphology

In specimens not submitted to any etchant, formation of a compact layer of debris was observed on the enamel surface, combined to superficial irregularities left on the surface by the diamond bur (Fig. 2).

The morphological aspects of etched surfaces and bonded interfaces, at each temperature of adhesives, are shown in Figs. 3, 4 and 5. The etching pattern of the group conditioned with 35% phosphoric acid was characterized by preferential demineralization of interprismatic areas of enamel, showing conditioning pattern Type II (Fig. 3A). The interface analysis of PB-R shows interprismatic penetration of adhesive, besides penetration of adhesive into intercrystallite spaces (Fig. 3B). The interface corresponding to the PB-H adhesive showed morphological similarity to PB-R (Fig. 3C). For the PB-C group, a reduction of adhesive penetration was observed in interprismatic and intercrystallite spaces with porosities in the adhesive layer (Fig. 3D).

The etching pattern formed by SE Bond adhesive varied according to the temperature used. For SE-R, preferential dissolution of interprismatic enamel was observed (Fig. 4A). However, this dissolution was smaller for SE-R than for phosphoric acid etching. For SE-H and SE-C, dissolution of the

interprismatic enamel was reduced (Fig.4B, C), mainly in the warmed group, which presented higher amount of remaining smear layer (Fig. 4B).

Analysis of the bonded interface formed by SE adhesive demonstrated compatible penetration with the etching pattern. When the adhesive was used at 20°C and 5°C, mild penetration in interprismatic areas and intercrystallite spaces were observed (Fig.4E, F). For SE-H, there was presence of pores close to the enamel surface.

Application of APR self-etching adhesive promoted etching pattern (Fig. 5A) and bonded interface morphologically similar to those obtained with phosphoric acid (Fig. 5D). A very thin adhesive layer was observed for this self-etching adhesive. However, the temperature change influenced the morphological characteristics. For the APR-H group, a moderate etching pattern was observed, with preferential dissolution of the external area of prisms (Fig. 5B). The interface formed by the adhesive APR-H presented less penetration of adhesive resin than APR-R.

When APR-C was used, a moderate etching pattern was seen with little amount of remaining smear layer (Fig. 5C). investigation of the bonded interface showed presence of agglomerates of smear layer close to the enamel surface. Mild penetration in interprismatic areas and intercrystallite spaces were observed with a modified enamel structure below the bonded interface (Fig. 5F).

5.6 - Discussion

The enamel, in its natural form, presents an aprismatic layer that is less susceptible to the action of acid etching²⁶⁻²⁸. However, for standardization of the microtensile test, the surfaces were ground to eliminate this layer. This might have contributed to the good results of self-etching adhesives^{9,10}.

The ground enamel surface exposed to phosphoric acid presented similar morphological alterations as those described in literature,²⁹ which is characterized by preferential dissolution of enamel prism edges (Fig.3A). The phosphoric acid produced a defined etching pattern according to the results of previous studies^{9,30}.

The quality of etched enamel depends on the acid concentration used, time and type of enamel structure;^{29,31} the acid aggressiveness is related to its dissociation constant (pKa). Self-etching systems are formed by acidic monomers that are susceptible to polymerization, which contain mono or diester as a functional group.^{10,12} Thus, at least one or two hydrogen atoms of phosphoric acid are substituted by a methacrylate group. The dissociation potential of diester of phosphoric acid is lower than phosphoric acid and thus it is considered a less aggressive acid. Water is essential for acid ionization and is the common component present in the two acidic solutions tested. The Adper Prompt L Pop system is a solution of monoester acid monomer. Its acidity content is higher than that of diester and presents $\text{pH} = 0.8$,⁴ which at room temperature was not enough to produce selective dissolution on the enamel surface for adhesive resin retention (Fig.5 A,D). On the other hand, the

SE system is composed only of a monoester group of phosphoric acid (MDP) and presents the highest pH. It produced mild demineralization on the enamel surface (Fig.4 A,D), following some previous reports.^{10-12,30,32}

SE Bond demineralization effects should be at least the same for Adper Prompt L Pop adhesive. A possible explanation could be the difference of acid esters concentration in the systems. The concentration of ester of phosphoric acid in Adper Prompt L Pop is approximately 80%, compared to 25 to 30% in the SE Bond system.¹⁰ Moreover, in the Adper Prompt L Pop system, the ester of phosphoric acid and water are distributed in separate compartments at a ratio of 4:1 and are activated immediately before utilization,¹⁴ which can increase its demineralization effects.

The differences in morphology produced by different etchants may also be observed on enamel-resin bonded interfaces. Penetration of the adhesive resin into microporosities formed by acid etching produced areas formed by hydroxyapatite crystals involved by resin, which is denominated hybrid layer.⁷ When applied at room temperature, the self-etching system formed a thin hybrid layer with short resin tags (Fig.4 D) when compared to APR-R.^{9,30} The APR adhesive showed similar morphological interface as the PB, probably due to the aggressiveness of the acidic solution.^{9,11,30}

The Adper Prompt L Pop adhesive applied at room temperature formed a continuous hybrid layer with resin diffusion in interprismatic and intercrystallite spaces, presenting defined prolongations that involved the center of enamel prisms (Fig.5 A, D).^{9,30} Although thinner, the APR-R adhesive

presented similar morphological interface as the PB-R adhesive. Both presented a continuous hybrid zone with resin diffusion into the interprismatic and intercrystallite spaces, showing more defined and longer resin prolongations involving the center of enamel prisms.^{9,11,30} In general, the APR presented a very thin adhesive layer (Fig. 5D, E, F), due to lower concentration of hydrophobic monomer and high amount of water.

Based on their capacity to dissolve smear layer and demineralize dentin, the degree of acidity of self-etching systems is classified into mild, moderate or aggressive.¹⁰ This classification was used for intact enamel surface.⁹ However, this study showed that this classification can also be accepted for ground enamel surface. Besides, it showed that the degree of demineralization was important for appropriate penetration of adhesive resin into the conditioned enamel surface, and that this condition was dependent on the acidity of each system.

The adhesives applied at room temperature did not present statistical difference in bond strength (Table 3). This has also been demonstrated by other authors, who observed similar results for self-etching and conventional adhesives, when applied on ground enamel.^{12,30,33-36} These results suggest that, if effective bond to enamel is desired, the number of microporosities created by area unit is more important than aggressive dissolution of enamel.^{13,37,38} Besides, the capacity of chemical bonding between the self-etching system and hydroxyapatite might have contributed to the results found.^{4,17}

One important characteristic of adhesive systems is the low viscosity, due to addition of solvents and diluent monomers, which allow excellent ability of volatilization and penetration.^{3,39,40} However, several factors e.g. temperature can influence the properties of the adhesive system.^{20,21,23} It has been reported that low temperatures can lead to reduction in solvent and water evaporation,⁴¹ decreasing the bond strength due to the presence of a high amount of residual solvent and water inside the adhesive layer.^{42,43} Porosities were observed in group PB-C, suggesting the presence of residual water and solvents. Besides, lower bond strength was found, as well as higher incidence of adhesives/cohesive fracture for PB-C.

Smear layer incorporation by self-etching adhesives can interfere with the bonding mechanism. The reduction of adhesive viscosity due to the low temperature can impair the dissolution of smear layer and enamel demineralization.²⁵ The best results for SE-C adhesives can be related to the fact that the SE Primer is composed of monomers with low viscosity and high hydrophilic concentration, compared with other adhesives. Dissolution of the smear layer and the products from demineralization of this adhesive maybe were not impaired. The high bond strength presented by SE-C can be related to its two-bottle presentation and application mode. Individual and active application of SE Primer followed by the waiting time before application of the adhesive might have facilitated the evaporation of the solvent, even at low temperatures. However, for adhesive APR-C, the formulation with more viscous monomers might have contributed to reduce the action of the acidic

monomer. Figures 5C and 5F show that APR-C did not solubilize the smear layer and was unable to etch the enamel.

In groups using self-etching adhesives, there was a reduction in bond strength, mainly for adhesive SE-H. The temperature increase elevates the vapor pressure in the solution and facilitates the solvent evaporation. This evaporation can reduce the concentration of water in the mixture in a fast manner, reducing the demineralization capacity of these adhesives by dispersion of smear layer and demineralization products.⁴⁴ Moreover, these adhesives presented incomplete diffusion in the smear layer with mild etching pattern. The SE-H group exhibited presence of porosities close to the enamel surface formed by non-solubilized smear layer, which probably was produced during SEM preparation (Fig. 4E). These components can make the adhesion more susceptible to degradation.⁴⁵ Besides, this precipitation can provide low cohesive force, which might lead to a higher incidence of adhesive/cohesive fractures (Fig. 1).

Another important factor that must be considered is the chemical deterioration of these adhesive systems, since some components of these products are unstable at high temperatures, such as HEMA, MDP, BIS-GMA and DMA^{46,47}. This deterioration before application of adhesive systems can result in higher adhesive degradation throughout time, decreasing adhesive durability^{18,19}. This may have contributed to the lower bond strength and difference on the interface and etching pattern morphology.

The degree of conversion may also have great influence on the physical properties of a resin material.^{48,49} The polymerization temperature can interfere with the degree of conversion of monomers and consequently affect their properties.^{22,50} Radical mobility increases with heating, leading to additional polymerization, which ensure good results for low viscosity systems.^{25,49,50} The adhesive PB did not show statistical difference among the three temperatures. It presented the highest bond strength values compared to other heated adhesives, without damage to its bonded interface. This fact can be explained by its better conversion of monomers, besides appropriate solvent evaporation and increased resin flow.⁵¹

Although self-etching adhesive systems have been developed to reduce the sensitivity of adhesive application, the complexity of their chemical reactions make them sensitive to external and internal factors, sometimes not dependent on the operator; the absence of standardization of their temperatures can lead to different results. Their application on ground enamel and at room temperature (20°C) promoted similar bond strength as the conventional adhesive. The null hypothesis was not accepted, since we observed that bond strength to ground enamel surface was temperature-dependent, suggesting that the temperature of adhesive systems must be considered as an important factor for a good clinical performance of bonding procedures.

5.6 - References

1. Simonsen RJ. Retention and effectiveness of dental sealant after 15 years. *J Am Dent Assoc* 1991;122:34-42.
2. Sundfeld RH, Mauro SJ, Briso AL, Sundfeld ML. Clinical/photographic evaluation of a single application of two sealants after eleven years. *Bull Tokyo Dent Coll* 2004;45:67-75.
3. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *J Dent Res* 1955;34:849-853.
4. Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003;28:215-235.
5. Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater* 1997;13:316-324.
6. Kanca J, 3rd. One step bond strength to enamel and dentin. *Am J Dent* 1997;10:5-8.
7. Nakabayashi N, Pashley DH: Hybridization of dental hard tissue. Tokyo, Quintessence Publishing Co., 1998.
8. Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res* 1994;73:1212-1220.
9. Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater* 2001;17:430-444.
10. Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater* 2001;17:296-308.
11. Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SC, Marquezini L, Jr. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. *Oper Dent* 2004;29:309-316.

12. Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent* 1999;24:172-180.
13. Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent* 2003;16:329-334.
14. Frey O. Creating a reliable bond. An all-in-one system. *Am J Dent* 2000;13:85D-87D.
15. Lopes GC, Marson FC, Vieira LC, de Caldeira AM, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primers. *Oper Dent* 2004;29:424-429.
16. De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. *Am J Dent* 2003;16:414-420.
17. Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H, Inoue S, Tagawa Y, Suzuki K, De Munck J, Van Meerbeek B. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res* 2004;83:454-458.
18. Nishiyama N, Tay FR, Fujita K, Pashley DH, Ikemura K, Hiraishi N, King NM. Hydrolysis of functional monomers in a single-bottle self-etching primer--correlation of ¹³C NMR and TEM findings. *J Dent Res* 2006;85:422-426.
19. Sadr A, Ghasemi A, Shimada Y, Tagami J. Effects of storage time and temperature on the properties of two self-etching systems. *J Dent* 2007;35:218-225.
20. Spohr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, Borges GA. Effect of refrigeration on tensile bond strength of three adhesive systems. *Braz Dent J* 2001;12:75-79.
21. Hagge MS, Lindemuth JS, Broome JC, Fox MJ. Effect of refrigeration on shear bond strength of three dentin bonding systems. *Am J Dent* 1999;12:131-133.
22. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res* 1999;78:1469-1476.

23. Nystrom GP, Holtan JR, Phelps RA, 2nd, Becker WS, Anderson TB. Temperature and humidity effects on bond strength of a dentinal adhesive. *Oper Dent* 1998;23:138-143.
24. Sundfeld RH, da Silva AM, Croll TP, de Oliveira CH, Briso AL, de Alexandre RS, Sundfeld ML. The effect of temperature on self-etching adhesive penetration. *Compend Contin Educ Dent* 2006;27:552-556; quiz 557, 581.
25. Andrzejewska E. Photopolymerization Kinetics of multifunctional monomers. *Prog Polym Sci* 2001;26:605-665.
26. Ripa LW, Gwinnett AJ, Buonocore MG. The "prismless" outer layer of deciduous and permanent enamel. *Arch Oral Biol* 1966;11:41-48.
27. Nathanson D, Bodkin JL, Evans JR. SEM of etching patterns in surface and subsurface enamel. *J Pedod* 1982;7:11-17.
28. Whittaker DK. Structural variations in the surface zone of human tooth enamel observed by scanning electron microscopy. *Arch Oral Biol* 1982;27:383-392.
29. Silverstone LM, Saxton CA, Dogon IL, Fejerskov O. Variation in the pattern of acid etching of human dental enamel examined by scanning electron microscopy. *Caries Res* 1975;9:373-387.
30. Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent* 1999;27:523-530.
31. Cehreli ZC, Altay N. Effects of a nonrinse conditioner and 17% ethylenediaminetetraacetic acid on the etch pattern of intact human permanent enamel. *Angle Orthod* 2000;70:22-27.
32. Perdigao J, Geraldini S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent* 2003;15:32-41; discussion 42.
33. Wang H, Shimada Y, Tagami J. Shear bond stability of current adhesive systems to enamel. *Oper Dent* 2004;29:168-175.
34. Barkmeier WW, Los SA, Triolo PT, Jr. Bond strengths and SEM evaluation of Clearfil Liner Bond 2. *Am J Dent* 1995;8:289-293.

35. Cardoso PE, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. *J Adhes Dent* 2002;4:291-297.
36. Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent* 2002;27:403-409.
37. Hashimoto M, Ohno H, Yoshida E, Hori M, Sano H, Kaga M, Oguchi H. Resin-enamel bonds made with self-etching primers on ground enamel. *Eur J Oral Sci* 2003;111:447-453.
38. Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *Eur J Oral Sci* 2002;110:464-470.
39. Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Arch Oral Biol* 1971;16:731-738.
40. Perdigao J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater* 1999;15:282-295.
41. Carvalho RM, Carrilho MRO, Perreira LCG, Garcia fCP, Marquezini JI, Silva SMA. Sistemas adesivos: fundamentos para a aplicação clínica. *Biodonto* 2004;2(1):1-89.
42. Kanca J, 3rd. Effect of primer dwell time on dentin bond strength. *Gen Dent* 1998;46:608-612.
43. Yiu CK, Pashley EL, Hiraishi N, King NM, Goracci C, Ferrari M, Carvalho RM, Pashley DH, Tay FR. Solvent and water retention in dental adhesive blends after evaporation. *Biomaterials* 2005;26:6863-6872.
44. Jacobsen T, Soderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater* 1995;11:132-136.
45. Miyazaki M, Sato M, Onose H. Durability of enamel bond strength of simplified bonding systems. *Oper Dent* 2000;25:75-80.
46. Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N. Hydrolytic stability of self-etching adhesive systems. *J Adhes Dent* 2005;7:107-116.
47. Kubo S, Finger WJ, Walkowiak M, Walter HF. Shelf life of the Gluma bonding system. *Am J Dent* 1991;4:219-222.

48. Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. *Dent Mater* 1985;1:11-14.
49. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater* 2001;17:504-511.
50. Bausch JR, de Lange C, Davidson CL. The influence of temperature on some physical properties of dental composites. *J Oral Rehabil* 1981;8:309-317.
51. Hotta K, Mogi M, Miura F, Nakabayashi N. Effect of 4-MET on bond strength and penetration of monomers into enamel. *Dent Mater* 1992;8:173-175.

5.7 - Figures and table

Table 1 – Adhesive systems, composition and mode of application according to manufacturers' instructions.

Adhesive systems	Etching Agent	Primer	Adhesive	Application Mode
Prime&Bond NT Dentsply –Caulk	35% Phosphoric acid	UDMA, PENTA, R 5-62-1 resin, T resin, D resin, silanated colloidal silica, cetylamine hydroxyfluoride, camphorquinone, stabilizers, acetone.		Acid etching (30s) Rinsing (15s) and air- drying Application of 2 coats of adhesive. Air-drying (20s at 20cm). Light-curing (10s)
Clearfil SE Bond Kuraray Medical Inc, Japan.	<i>Primer:</i> MDP; HEMA; Hydrophilic Dimethacrylate; camphorquinone; water.		Adhesive: MDP; HEMA; Bis-GMA; Hydrophobic Dimethacrylate; <i>N,N</i> diethanol <i>p</i> -toluidine; camphorquinone bond; silanated colloidal silica.	Air-drying of the enamel surface. Application of 2 coats of primer with slight agitation (20s). Air-drying (20s at 20cm) Application of one coat of the adhesive with slight agitation (20 s) Light-curing (10s)
Adper Prompt L- Pop 3M/ESPE	Liquid 1 (red blister): Methacrylated phosphoric esters; Bis-GMA; camphorquinone; stabilizers. Liquid 2 (yellow blister): water; HEMA; polyalkenoic acid; stabilizers.			Mixture of system (red and yellow blisters) Application of 2 coats with slight agitation (15s). Air-drying (20s at 20cm) Light-curing (20s)

Table 2 – Classification of types of fracture occurring after microtensile testing and stereomicrograph showing the fracture pattern.

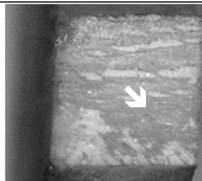
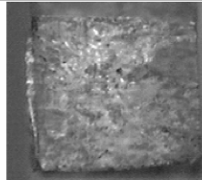
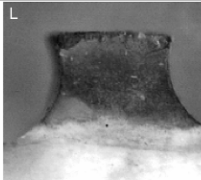
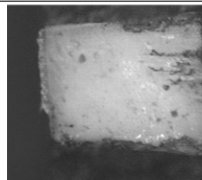
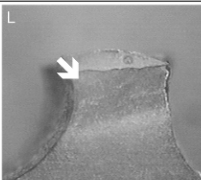
Adhesive	Total or partial Enamel exhibition (↘), yet the surface remained planned out.		
Adhesive/Cohesive	Surface totally or partially covered by the adhesive.		
Cohesive on resin	Surface totally or partially covered by resin. Identification of the interface from the lateral view (↘).		
Cohesive on enamel	Strongly stained surface and irregularity evidenced by the lateral analysis.		
L – lateral view			

Table 3 – Microtensile bond strength values (MPa) for the three adhesive systems at three different temperatures (mean ± standard deviation),

ADHESIVE	TEMPERATURE		
	20°C (R)	5°C (C)	40°C (H)
PRIME&BOND NT	(11.61± 1.50) Aa	(11.04 ± 3.52) Ba	(14.12 ± 3.01) Aa
SE BOND	(12.93 ± 1.65) Aa	(15.17 ± 5.12) Aa	(7.71 ± 2.97) Bb
ADPER PROMPT L POP	(10.86 ± 3.12) Aa	(8.69 ± 3.12) Ba	(9.27 ± 2.66) Ba

Means followed by different letters show statistical difference (Two-way analysis of variance - $\alpha=0.05$)

Capital letters – comparison of adhesives at each temperature (column)

Lower case letters – comparison of temperatures for each adhesive (line)

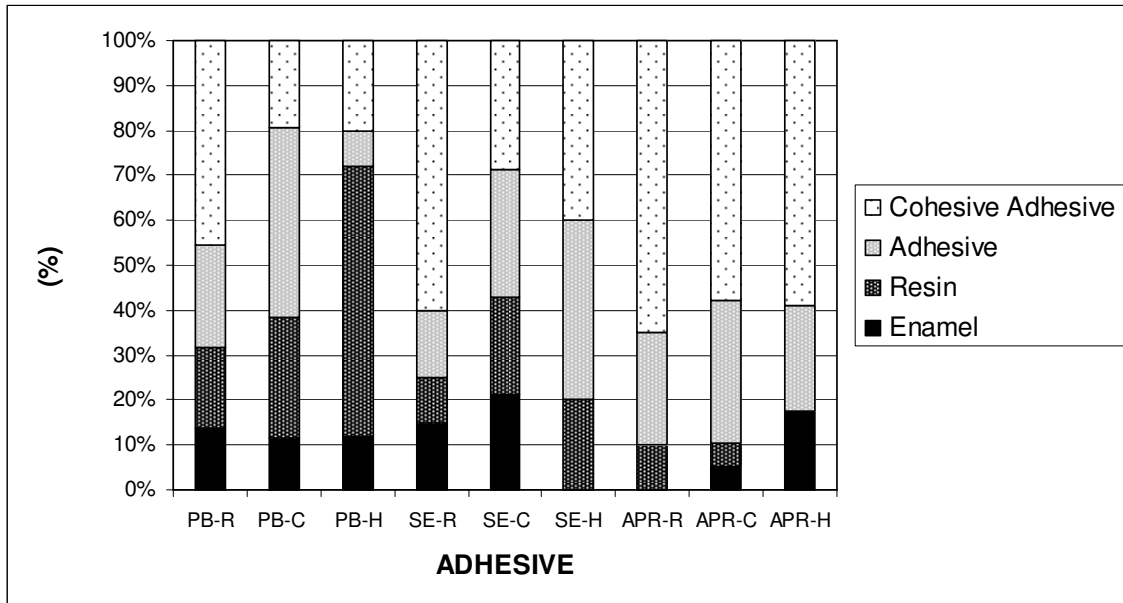


FIGURE 1 - Graphic illustration of fracture pattern of distribution (%). (PB) Prime & Bond NT; (SE) – Clearfil SE Bond; (APR) Adper Prompt L Pop; R- Room temperature cured; C- Conventional curing; H- Heat curing.

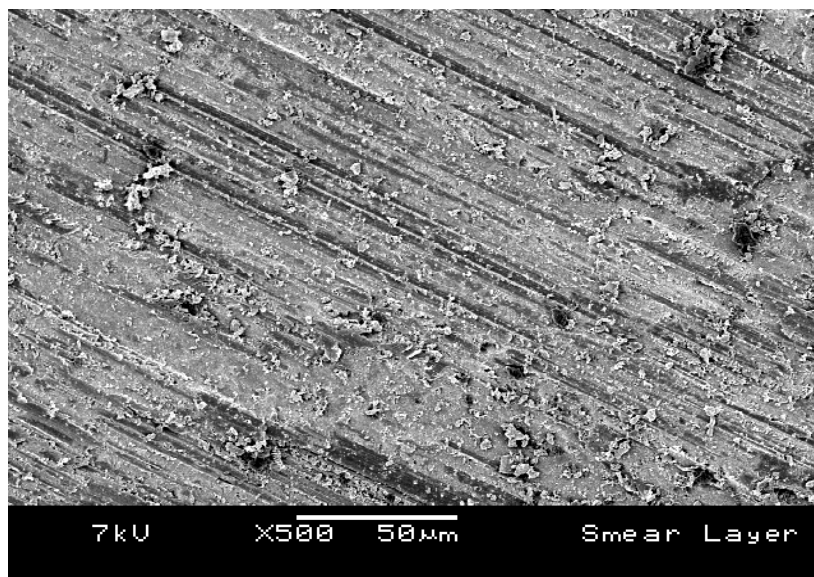


Figure 2 – Scanning electron micrograph of smear layer surface formed after diamond bur abrasion

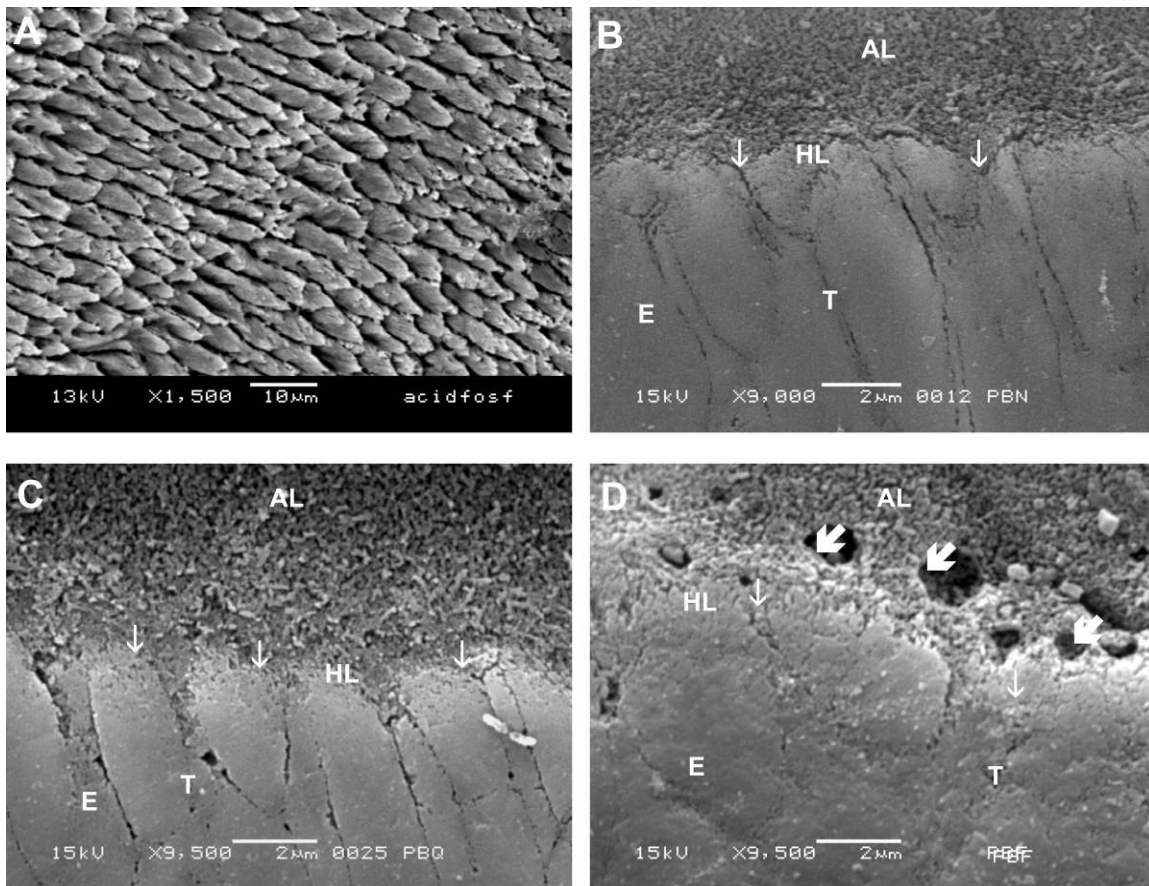


FIGURA 3 – Scanning electron micrograph of the etching pattern produced by 35% phosphoric acid and interface analysis of Prime&BondNT adhesive systems at three different temperatures A) preferential etching of interprismatic enamel (etching pattern type II). B) Interface analysis of PB-N showed adhesive interprismatic penetration (↓) and in intercrystallite spaces, forming the hybrid layer (HL). C) Interface analysis of PB-H showed similar characteristic as PB-N. D) Interface analysis of PB-F showed presence of pores in the adhesive layer (↗) discrete interprismatic penetration (↓). AL – Adhesive Layer; T – Tags; HL – Hybrid Layer; E – Enamel.

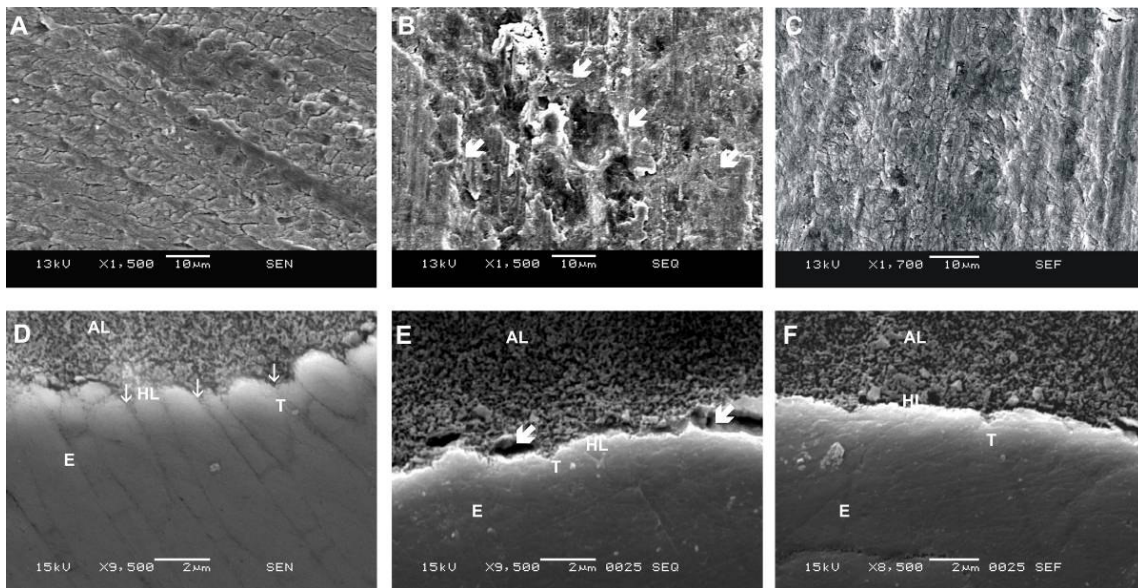


FIGURA 4 – Scanning electron micrograph of the etching pattern and interface analysis produced by SE Bond adhesive systems applied at three different temperatures. A) Moderate etching pattern produced by SE-N with demineralization of interprismatic space (Type II). B) Etching pattern produced by SE-H showing presence of remaining smear layer (⬇). C) Mild etching pattern shown by SE-C with demineralization of interprismatic space. D) Interface analysis of SE-H showing hybrid layer formation and interprismatic penetration (↓). E) Interface produced by SE-Q. Presence of pores on the enamel surface (⬇) and minimal interprismatic penetration (T). F) Interface produced by SE-F was similar to interface produced by SE-Q, but without presence of porosities AL – Adhesive Layer; T – Tags; HL – Hybrid Layer; E – Enamel.

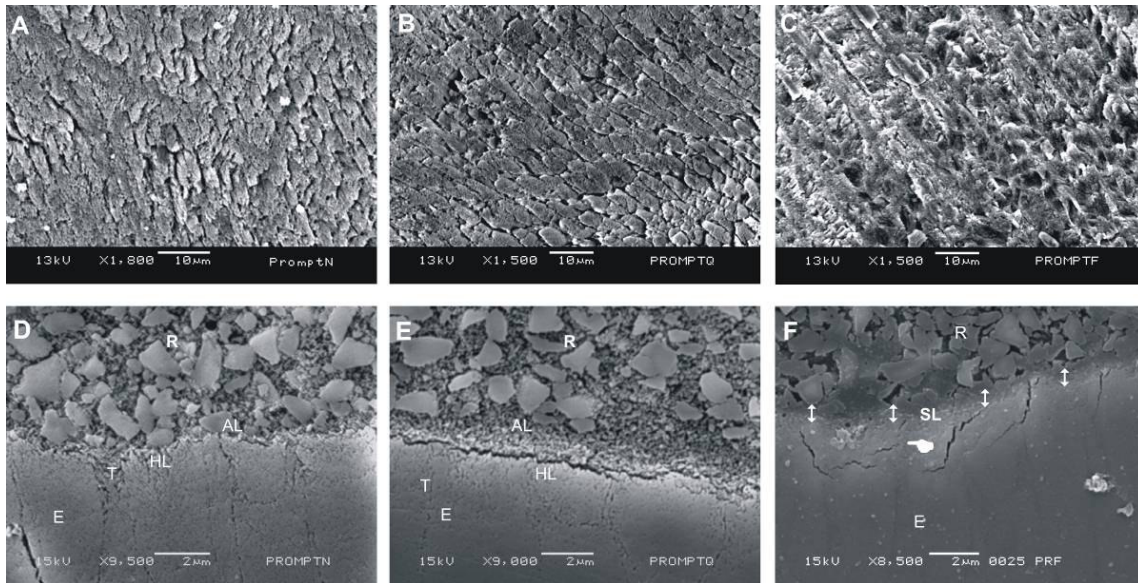


FIGURA 5 – Scanning electron micrograph of the etching pattern and interface analysis produced by Adper Prompt-L-Pop adhesive systems applied at three different temperatures a) Preferential etching of interprismatic enamel (etching pattern type II) similar to phosphoric acid. b) Etching pattern produced by APR-H showing less aggressiveness than APR-R. c) Etching pattern produced by APR-C showing presence of remaining smear layer. d) Interface analysis of APR-R showing large interprismatic penetration, formation of hybrid layer and thin adhesive layer. e) interface analysis of APR-H. f) Interface analysis of APR-C showing smear layer not dissolved by the adhesive (↕) and modified enamel structure below the bonded interface (↗).

4- APÊNDICE

MATERIAIS E MÉTODO

Este trabalho foi realizado em 2 fases, tendo como fatores de estudo na 1ª fase, a resistência à microtração dos sistemas adesivos ao esmalte dental com as seguintes variáveis: sistema adesivo em 3 níveis - convencional de frasco único Prime & Bond NT (Dentsply / Caulk – Milford, DE); e de outros dois autocondicionantes (ADPER PROMPT L POP [3M/ESPE Dental Products St. Paul, USA] e SE Bond [Kuraray Medical Inc, Okayama – Japão]) e temperatura dos adesivos em 3 níveis: fria (5°C), ambiente (20°C) e Quente (40°C). Na 2ª fase foi realizada a análise microscópica da interface esmalte/resina e do padrão de condicionamento do esmalte.

PREPARO DA SUPERFÍCIE DE ESMALTE

Para a primeira fase, foram selecionados 63 incisivos centrais bovinos, que depois de extraídos, foram limpos e armazenados em solução de timol (0,1%), até o momento da utilização. A partir de então, foram formados aleatoriamente 9 grupos de estudo, com 7 dentes cada.

Inicialmente, os dentes tiveram suas raízes removidas com auxílio de um disco diamantado de dupla face (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) montados em um motor de baixa rotação, para então serem armazenados em água destilada. Os procedimentos laboratoriais iniciaram-se pela inclusão dos dentes em resina de poliestireno (FIG. 1 A e B), para serem aplainadas as faces vestibulares de todos os dentes, através do uso de lixas de carbureto de silício de numeração 320, 400 e 600 (3M) montadas em politriz (MAXIGRIND), sob refrigeração com água (FIG. 2). A região utilizada, de cada dente, correspondeu ao terço médio da face vestibular de cada espécime. Em seguida, foi realizado o desgaste na superfície vestibular com ponta

diamantada 4138 (KG Sorensen, Barueri, SP, Brasil) montada em alta rotação, sob spray de água e ar e orientada paralela a superfície de esmalte, previamente aplainada pelo tempo de 10 segundos (FIG. 3). A seguir, foi realizada a remoção do ácido com água e secagem com ar da superfície.

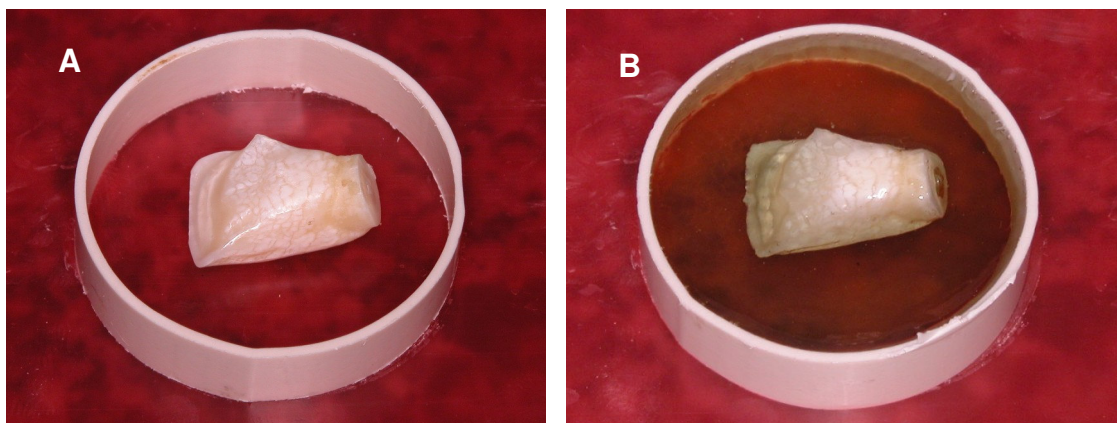


FIGURA 1 – Inclusão dos dentes em resina de poliestireno. **A** – Fixação da face vestibular na cera; **B** – preenchimento do tubo de PVC com resina de poliestireno.



FIGURA 2 – Planificação da face vestibular.

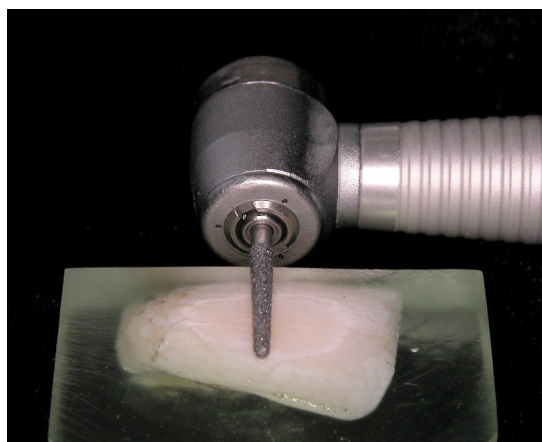


FIGURA 3 – Desgaste com ponta diamantada por 10 segundos.

PREPARO DOS SISTEMAS ADESIVOS PARA AS RESPECTIVAS TEMPERATURAS

Antes do início dos procedimentos restauradores, cada sistema adesivo foi distribuído em tubos de “Eppendorfe”, na quantidade equivalente de duas gotas de cada frasco. Desta forma, havia 21 tubos com Prime & Bond NT (Dentsply – Caulk), 21 com SE Bond *Primer* (Kuraray) e 21 SE Bond (Kuraray). Porém, como o adesivo Adper Prompt L-Pop (3M/ESPE) apresenta-se em sistema uni-doses, não foi necessária esta distribuição. Para evitar uma polimerização acidental, a distribuição nos tubos foi realizada em uma câmara escura de revelação de radiografias, iluminada por luz com filtro para o comprimento de onda da luz azul, evitando a polimerização acidental. Além disso, para a proteção durante o período prévio aos procedimentos restauradores, todos os tubos foram pintados externamente com caneta para retro-projetor de cor preta e envolto por duas camadas de papel aluminizado (FIG. 5 a, b, c, d).

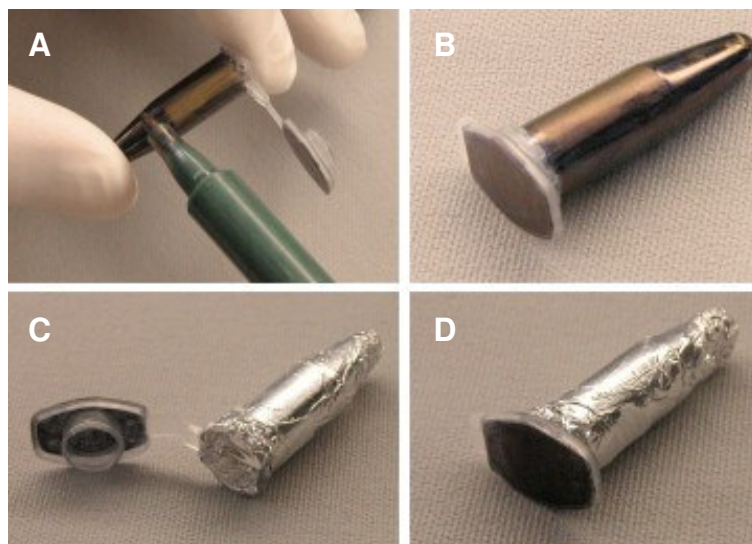


FIGURA 5 – Preparo dos tubos de eppendorfe para armazenamento dos adesivos. **A** – Pintura externa com caneta hidrocolor; **B** - Pintura externa finalizada; **C** – Revestimento com papel aluminizado; **D** – Aspecto final do eppendorfe para receber o adesivo.

O aquecimento dos adesivos foi realizado em uma cuba para banho-maria (FIG. 6) na temperatura de $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Os tubos permaneceram flutuando com auxílio de uma placa fina de isopor.

Já o resfriamento dos adesivos foi realizado com auxílio de recipiente de isopor com tampa contendo água e gelo (FIG. 7). O controle da temperatura foi realizado com auxílio de termômetro. Os “Eppendorfe” permaneceram flutuando de forma semelhantes aos adesivos que foram aquecidos. Já, os adesivos referentes à temperatura ambiente permaneceram em um isopor vazio e o ambiente permaneceu em uma temperatura média de 20°C . A temperatura foi mantida com a utilização de aparelhos de ar condicionado, sendo constantemente aferida.



FIGURA 6 – Cuba de banho Maria; ependorfe dispostos em uma placa de isopor

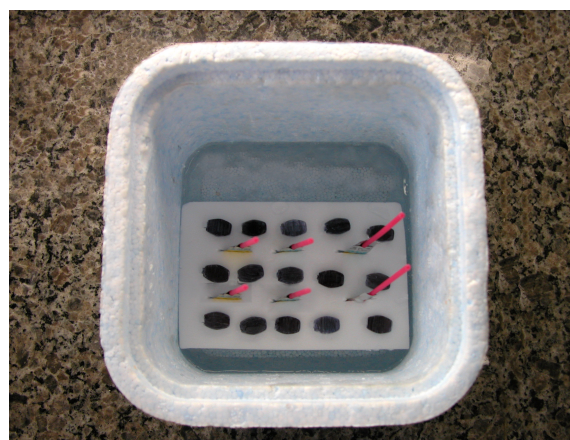


Figura 7 – Isopor contendo gelo e água; ependorfe dispostos em uma placa de isopor

PREPARO DOS ESPÉCIMES PARA CADA SISTEMA ADESIVO

Os procedimentos restauradores iniciaram após 90 minutos da permanência dos “Eppendorfe” nas três condições experimentais. Os dentes foram aleatoriamente distribuídos nos grupos e o procedimento de aplicação dos adesivos foram realizados respeitando os princípios da aleatorização. Os

espécimes pertencentes ao grupo I, que receberam o adesivo Prime & Bond NT, tiveram as superfícies planificadas foram condicionadas com ácido fosfórico a 35% (Condicionador Dental Gel - Dentsply – Caulk) por 30 segundos. Em seqüência, essas superfícies vestibulares foram lavadas com jatos de água, pelo tempo de 15 segundos, em seguida foram secadas com jatos de ar. Com auxílio aplicador descartável os espécimes receberam duas camadas do sistema adesivo Prime & Bond NT. Após a aplicação de suaves jatos de ar durante 20 segundos, para cada aplicação do adesivo, este foi fotoativado por 10 segundos por meio do aparelho Optilux 501 (Sybron Kerr, Danbury, CT, USA), o qual apresenta intensidade de saída de luz de $600\text{mW}/\text{cm}^2$. Imediatamente após, foi inserida sobre ele uma camada da resina composta ESTHET-X, por toda a face planificada, com incrementos de aproximadamente 1,5mm e polimerizados pelo tempo de 40 segundos, até atingir uma camada de aproximadamente 4mm de espessura, 4mm de largura e 12mm de comprimento (FIG. 8).

Os espécimes, pertencentes ao Grupo II, receberam o sistema adesivo primer-condicionante SE Bond, o qual foi aplicado com fricção por 20 segundos, utilizando para tanto, *microbrush*. Após a remoção do excesso com um *microbrush* seco foi aplicado um leve jato de ar para a volatilização do solvente. Em seguida, foi aplicado, por 20 segundos e sob fricção, o agente adesivo. A polimerização foi realizada pelo tempo de 10 segundos. Em seguida, sobre o sistema adesivo foi aplicada a resina composta da mesma forma dos espécimes do grupo I.

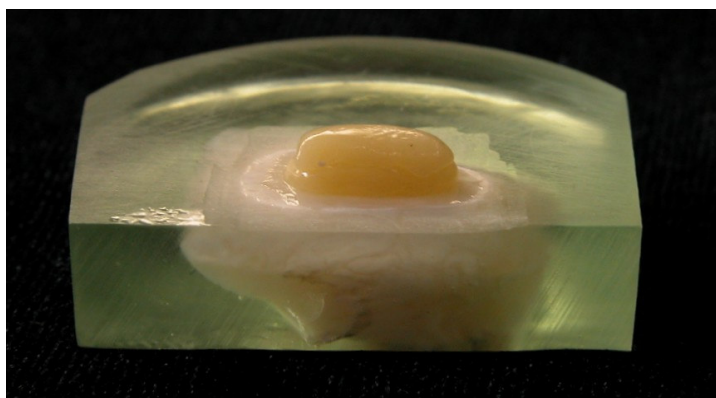


FIGURA 8 – Incrementos de resina aplicada sobre a superfície do esmalte

Os espécimes pertencentes ao Grupo III receberam a aplicação de duas camadas do adesivo autocondicionante ADPER PROMPT L POP (3M/ESPE), de acordo com as orientações do fabricante, ou seja, após a secagem da superfície de esmalte foi realizada a ativação do sistema. Esta por sua vez consiste na compressão do compartimento 1 (amarelo) da embalagem para a liberação do conteúdo em direção ao compartimento 2 (vermelho). Em seguida, a compressão do compartimento 2 para a liberação da solução ácida em direção ao aplicador *microbrush* localizado no compartimento 3. A solução ácida foi aplicada com atrito sobre essa superfície, pelo tempo de 15 segundos, e em seqüência foram aplicados suaves jatos de ar para a volatilização do solvente, até obter-se uma fina camada do adesivo, que foi imediatamente polimerizada pelo tempo de 20 segundos. Da mesma forma que nos outros grupos, sobre o adesivo autocondicionante foi aplicada a resina composta ESTHET-X por todo o terço médio vestibular.

Destacamos que todos os espécimes receberam a aplicação dos materiais adesivos com a temperatura do ambiente controlada, ou seja, $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$. Para o controle, todos os espécimes foram armazenados individualmente em frascos numerados contendo água destilada, após os procedimentos restauradores.

PREPARO DOS AMOSTRAS PARA MICROTRAÇÃO

Após 72 horas do termino da aplicação do material restaurador, os espécimes foram seccionados no sentido méso-distal, para dividir a área restaurada ao meio (FIG. 9), utilizando uma cortadeira metalográfica (ISOMET 2000, BUEHLER Ltd., Lake Bluff, IL, USA). A secção voltada para o terço cervical foi destinada à análise da interface, enquanto que a parte incisal ao ensaio de resistência de união (FIG. 10 A e B).

Para a avaliação da resistência à microtração dos sistemas adesivos, os espécimes foram seccionados em fatias dentais, com espessura de aproximadamente 1mm em uma cortadeira metalográfica (ISOMET 2000, BUEHLER Ltd., Lake Bluff, IL, USA), as quais ficaram armazenadas em água destilada até o momento de suas utilizações. De cada espécime foram obtidos 4 secções como amostra.

Para a análise da microtração as amostras foram preparadas de forma que, com o auxílio de pontas diamantadas de granulação super fina (KG Sorensen 1122FF) montada em alta rotação sobre refrigeração com jatos de ar e água, houve redução da região da interface esmalte/restauração, dando assim, um formato de ampulheta (Hour-glass) (FIG.11 a, b e c), obtendo uma área de interface esmalte/restauração de aproximadamente de 1mm². Vale ressaltar que as amostra fraturadas neste procedimento foram descartadas.

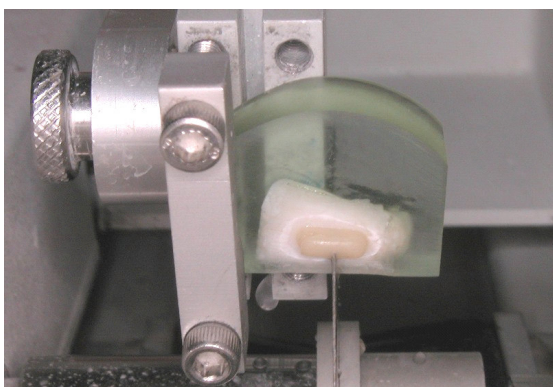


FIGURA 9 – Secção do espécime ao meio com auxílio de uma cortadeira metalográfica.

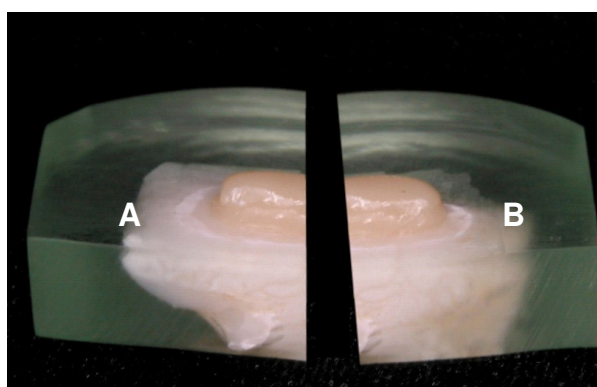


FIGURA 10 – Espécime seccionado. **A** – Região incisal destinada ao ensaio de microtração; **B** – Região cervical destinada à análise microscopia da interface esmalte adesivo.

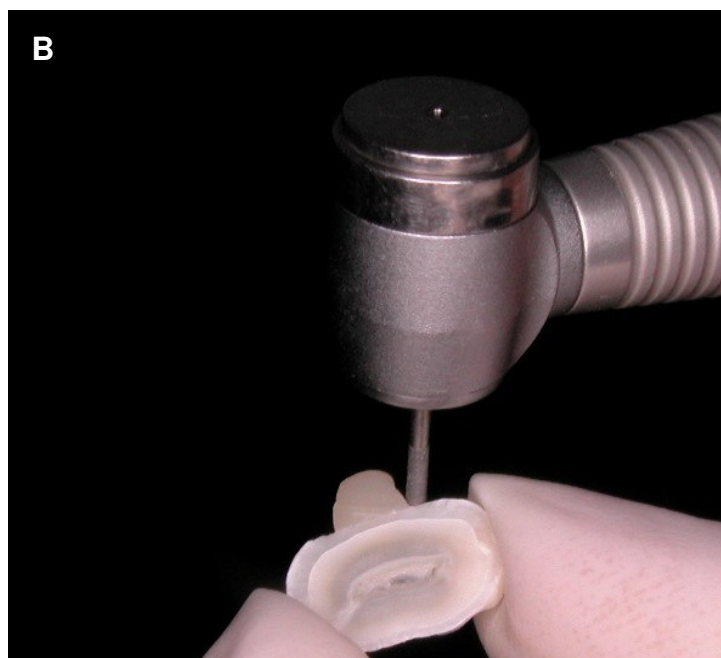


FIGURA 11 – Confecção das amostras do tipo Hour- Glass. **A** – secção sem a constrição; **B** – Confecção da constrição com um ponta diamantada ultrafina; **C** – Constrição confeccionada.

Os espécimes foram fixados individualmente, aos *grips* do dispositivo para microtração (FIG. 12 a, b). Este dispositivo foi acoplado à máquina universal de ensaio (Instron 4411, Corona, CA, USA) utilizando uma célula de carga de 50N (Static Load Cell – Instron). A fixação das amostras aos dispositivos foi efetuada com o auxílio de adesivos a base de cianoacrilato (Super Bond – Henkel Loctite Adesivos Ltda) e como acelerador foi utilizado monômero de resina acrílica. O ensaio de tração foi conduzido com velocidade de 0,5 mm/min, até a ruptura. Os resultados foram colhidos em kgf (Quilograma-Força). A conversão dos valores em Mega Pascal (MPa) foi realizada após a mensuração da área adesiva dos espécimes com um paquímetro de precisão (ME-BA ZAGREB - YUGOSLAVIA) de acordo com a seguinte fórmula:

- 1) Área do espécime em $\text{mm}^2 / 100 = \text{Área do espécime em cm}^2$
- 2) Valor de resistência em quilograma-força/Área de espécime em $\text{cm}^2 = \text{kgf/ cm}^2$.
- 3) $\text{kgf/ cm}^2 \times 0,098 = \text{MPa}$.

Os dados transformados em MPa foram submetidos à Análise de Variância à 2 critérios considerando os fatores adesivos em três níveis e temperatura em três níveis. Diante de significância foi aplicado o Teste de Tukey ao nível de 5%, para múltiplas comparações entre as médias.

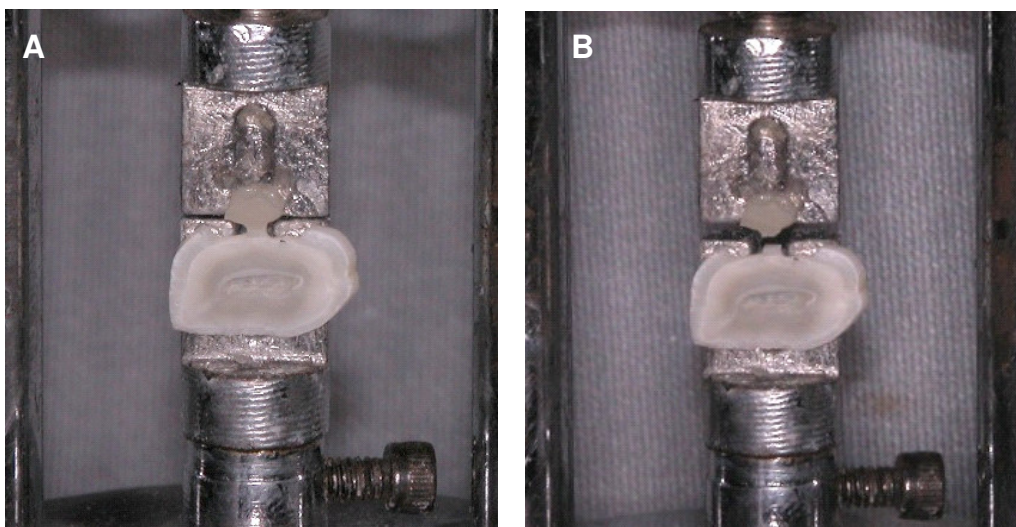


FIGURA 12 – Amostra fixada no dispositivo para microtração. **A** – antes do início da tração; **B** – Depois da ruptura da amostra.

ANÁLISE DO PADRÃO DE FRATURA

Após o ensaio de tração, os espécimes foram analisados em uma lupa estereoscópica, na qual foi acoplada uma câmera digital para obtenção das imagens das fraturas mais características. É válido salientar que todas as amostras submetidas ao ensaio mecânico foram analisadas. Desta forma, foi possível fazer uma análise descritiva em porcentagem dos tipos de fratura. Para auxiliar a análise foi empregado um corante específico para tecidos mineralizados (Formula – ANEXO 2).

As fraturas foram classificadas em:

Adesivas: exposição de esmalte, porém a superfície continua planificada.

Adesiva/Coesiva: superfície totalmente ou parcialmente coberta por adesivo.

Coesiva em resina: superfície totalmente ou parcialmente coberta por resina.

Identificação da interface pela vista lateral.

Coesiva em esmalte: superfície fortemente corada, somado a evidências de irregularidade pela análise lateral.

ANÁLISES MORFOLÓGICAS

ANÁLISE DA INTERFACE DE UNIÃO

As metades cervicais dos espécimes restaurados foram novamente incluídas em resina de poliestireno, com a finalidade de facilitar a fixação e obtenção de maior número de cortes méso-distais (FIG. 13 A, B, C). Estes por sua vez, apresentaram aproximadamente 0,08 mm de espessura cada. Para secção foi empregando uma cortadeira metalográfica refrigerada por água (ISOMET 2000, BUEHLER Ltd., Lake Bluff, IL, USA). Foram realizados em média 4 cortes de cada espécime, porém foi selecionado para a análise da interface apenas um corte de cada espécime.

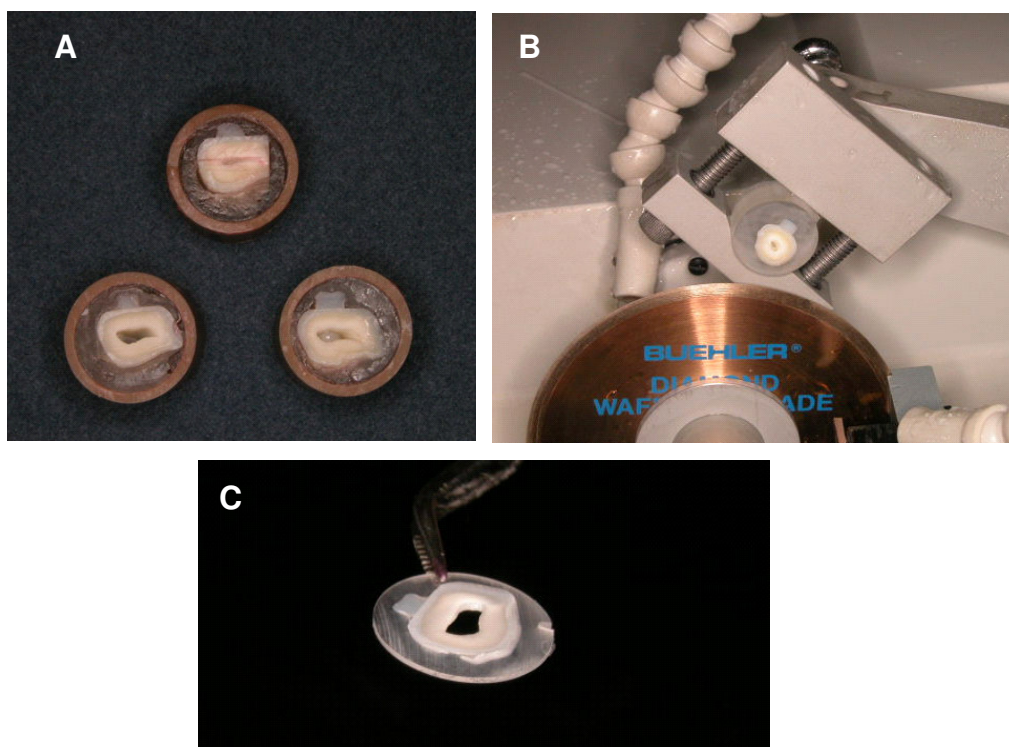


Figura 13 – **A** - Inclusão das partes cervicais das restaurações; **B** – procedimento de secção; **C** – secção destinada à análise da interface.

A seleção foi dirigida de modo a escolher um corte que não apresentasse bolhas, trincas no esmalte ou regiões de falhas evidentes na adesão. Foram selecionadas 7 amostras de cada grupo, os quais foram incluídos em resina epóxica (EPOXIDE - BUEHLER Ltd., Lake Bluff, IL, USA). Após a inclusão, os cortes foram polidos durante 10 minutos com lixas 600 e 800, e 20 minutos em lixas 1200 e 2000 (Lixas de carbureto de silício - Norton) sob intensa irrigação com água.

Terminado o polimento com as lixas, foram utilizados feltros (Arotec S.A. Ind e Co Brasil) e pastas de diamante para polimento em ordem decrescente de granulação: 6, 3, 1, 1/4 μ m (Arotec S.A. Ind e Co Brasil). As amostras foram polidas por 20 minutos em cada pasta e a cada troca as amostras foram colocadas em ultrassom com água destilada (Ultrason 1440 D - Odontobrás ind Comércio Med. Odont. Ltda, Rio Preto, SP, Brazil) por 15 minutos e por 30 minutos adicionais ao final do polimento. Durante todo o polimento as amostras permaneceram acopladas ao braço mecânico para o controle da pressão exercida durante o procedimento (FIG.14).

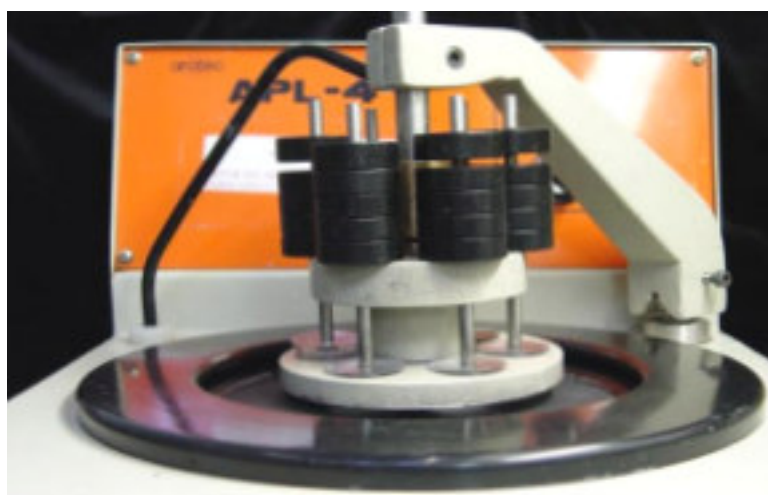


FIGURA 14 – Braço mecânico acoplado à politriz.

Em seguida, as amostras foram desidratadas em imersões em etanol (F. Maia Ind e Co. Ltda, São Paulo – SP – Brasil) com concentrações ascendentes até 100%, por tempo determinado (etanol a 25% por 20 minutos; etanol a 50% por 20 minutos; etanol a 75% por 20 minutos; etanol a 95% por 30 minutos; etanol a 100% por 60 minutos). Assim, após a remoção das amostras da solução de etanol 100%, foram colocadas em um recipiente hermeticamente fechado contendo sílica gel.

Com o intuito melhorar a visualização da interface, as amostras foram submetidas à aplicação de um Plasma de Argônio (Plasma Series – Anatech LTD) por 7min e com 100 mtorr e 100 watts (FIG. 15 A, B). Após este procedimento, as amostras foram cobertas com liga de ouro /pládio usando o equipamento metalizador (Desk II, Denton Vacuum Inc NJ - USA), utilizando uma corrente de 40mA por 100 segundos (FIG. 16)

Em seguida, as amostras foram observadas em microscópio eletrônico de varredura (JSM – 5600 – JEOL USA, Inc., Peabody, MA 01960 – USA) com aceleração de voltagem de 15KV, distância de trabalho de 10mm e abertura das lentes objetiva (Spotsize) de 36nm.

É importante salientar, que as análises foram realizadas de modo comparativos e ilustrativo, não tendo sido realizada nenhuma análise estatística.



FIGURA 15– **A** - Aparelho de Plasma de Argônio; **B** – Câmara de Vácuo para bombardeio com plasma de Argônio.



FIGURA 16 – Corte incluídos em resina epóxica, para a análise da interface esmalte/adensivo.

ANÁLISE DO PADRÃO DE CONDICIONAMENTO

Para analisar o potencial de desmineralização dos sistemas autocondicionantes foram utilizados 14 fragmentos dentais de esmalte, sendo 2 para cada grupo. Cada fragmento media 5mm X 6mm e foram extraídos da região central da coroa de incisivos bovinos (FIG. 17). Os dentes foram armazenados, planificados e submetidos à aplicação da ponta diamantada da mesma forma dos espécimes submetidos ao procedimento restaurador.

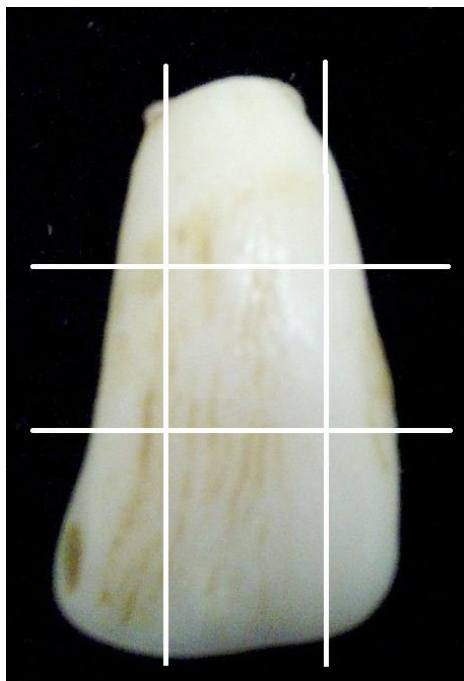


FIGURA 17 – Área destinada à análise do padrão de condicionamento

Os espécimes destinados a avaliar o padrão de condicionamento do ácido fosfórico à 35% (Condicionador Dental Gel - Dentsply – Caulk), tiveram a superfície condicionada por 30 segundos. Em seguida, foi lavada por 15 segundos e secada com ar até a visualização de um aspecto opaco.

Para os adesivos autocondicionantes, as soluções ácidas foram aplicadas seguindo o mesmo protocolo anteriormente descrito nos procedimentos preparatórios. Para o sistema SE Bond foi utilizado apenas o *Primer*. Já para o sistema Adper Prompt L-Pop foi empregada a mistura, da mesma forma como foi apresentado durante o procedimento restaurador.

Após a aplicação, as soluções foram removidas através de lavagens alternadas em álcool absoluto (Etanol PA – 99,8% F. Maia Ind e Co. Ltda, São Paulo – SP – Brasil) e acetona (Acetona PA – 99,8% - Industria e comércio Ltda, Campinas – SP – Brasil) por 10 segundos cada banho durante

1 minuto para a dissolução dos resíduos remanescentes de monomero na superfície.

Em seguida, todos os espécimes foram submetidos à desidratação, metalizados (FIG.18) e visualizados em microscópio eletrônico de varredura conforme o protocolo estabelecido para a análise das interfaces.

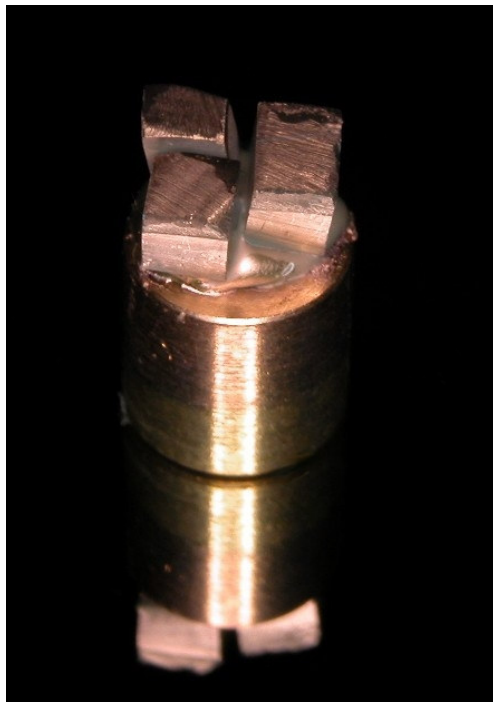


FIGURA 18 – Fragmentos preparados para a análise do padrão de condicionamento

5- REFERÊNCIAS*

Andrzejewska E. Photopolymerization Kinetics of multifunctional monomers. Prog Polym Sci. 2001; 26(605-665.

Barkmeier WW, Shaffer SE, Gwinnett AJ. Effects of 15 vs 60 second enamel acid conditioning on adhesion and morphology. Oper Dent. 1986; 11(3):111-6.

Barkmeier WW, Los SA, Triolo PT, Jr. Bond strengths and SEM evaluation of Clearfil Liner Bond 2. Am J Dent. 1995; 8(6):289-93.

Bausch JR, de Lange C, Davidson CL. The influence of temperature on some physical properties of dental composites. J Oral Rehabil. 1981; 8(4):309-17.

Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. J Dent Res. 1955; 34(6):849-53.

Burrow MF, Taniguchi Y, Nikaido T, Satoh M, Inai N, Tagami J, Takatsu T. Influence of temperature and relative humidity on early bond strengths to dentine. J Dent. 1995; 23(1):41-5.

Cardoso PE, Sadek FT, Goracci C, Ferrari M. Adhesion testing with the microtensile method: effects of dental substrate and adhesive system on bond strength measurements. J Adhes Dent. 2002; 4(4):291-7.

* De acordo com a UNICAP/FOP. Baseado no modelo Vancouver. Abreviaturas dos periódicos em conformidade com Medline

Carvalho RM, Carrilho MRO, Perreira LCG, Garcia fCP, Marquezini JI, Silva SMA. Sistemas adesivos: fundamentos para a aplicação clínica. Biodonto. 2004; 2(1):1-89.

Cehreli ZC, Altay N. Effects of a nonrinse conditioner and 17% ethylenediaminetetraacetic acid on the etch pattern of intact human permanent enamel. Angle Orthod. 2000; 70(1):22-7.

Chigira H, Yukitani W, Hasegawa T, Manabe A, Itoh K, Hayakawa T, Debari K, Wakumoto S, Hisamitsu H. Self-etching dentin primers containing phenyl-P. J Dent Res. 1994; 73(5):1088-95.

Christensen GJ. Self-etching primers are here. J Am Dent Assoc. 2001; 132(7):1041-3.

Christensen GJ. Preventing postoperative tooth sensitivity in class I, II and V restorations. J Am Dent Assoc. 2002; 133(2):229-31.

Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. J Dent Res. 2005; 84(7):663-7.

De Munck J, Van Meerbeek B, Satoshi I, Vargas M, Yoshida Y, Armstrong S, Lambrechts P, Vanherle G. Microtensile bond strengths of one- and two-step self-etch adhesives to bur-cut enamel and dentin. Am J Dent. 2003a; 16(6):414-20.

De Munck J, Van Meerbeek B, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Suzuki K, Lambrechts P, Vanherle G. Four-year water degradation of total-etch adhesives bonded to dentin. J Dent Res. 2003b; 82(2):136-40.

dos Santos KT, Sundfeld RH, Garbin CA, de Alexandre RS, Sundfeld ML, Ceolim BN. Length of resin tags in pit-and-fissure sealants: all-in-one self-etching adhesive vs phosphoric acid etching. Compend Contin Educ Dent. 2008; 29(3):186-92.

Ferracane JL. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater. 1985; 1(1):11-4.

Ferracane JL, Condon JR. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. Dent Mater. 1992; 8(5):290-5.

Ferracane JL, Hopkin JK, Condon JR. Properties of heat-treated composites after aging in water. Dent Mater. 1995; 11(6):354-8.

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. Dent Mater. 2005.

Frey O. Creating a reliable bond. An all-in-one system. Am J Dent. 2000; 13(Spec No):85D-87D.

Gilpatrick RO, Ross JA, Simonsen RJ. Resin-to-enamel bond strengths with various etching times. *Quintessence Int.* 1991; 22(1):47-9.

Gwinnett AJ. Histologic changes in human enamel following treatment with acidic adhesive conditioning agents. *Arch Oral Biol.* 1971; 16(7):731-8.

Hagge MS, Lindemuth JS, Broome JC, Fox MJ. Effect of refrigeration on shear bond strength of three dentin bonding systems. *Am J Dent.* 1999; 12(3):131-3.

Hannig M, Reinhardt KJ, Bott B. Self-etching primer vs phosphoric acid: an alternative concept for composite-to-enamel bonding. *Oper Dent.* 1999; 24(3):172-80.

Hannig M, Bock H, Bott B, Hoth-Hannig W. Inter-crystallite nanoretention of self-etching adhesives at enamel imaged by transmission electron microscopy. *Eur J Oral Sci.* 2002; 110(6):464-70.

Hara AT, Amaral CM, Pimenta LA, Sinhoreti MA. Shear bond strength of hydrophilic adhesive systems to enamel. *Am J Dent.* 1999; 12(4):181-4.

Inoue S, Vargas MA, Abe Y, Yoshida Y, Lambrechts P, Vanherle G, Sano H, Van Meerbeek B. Microtensile bond strength of eleven contemporary adhesives to enamel. *Am J Dent.* 2003; 16(5):329-34.

Jacobsen T, Soderholm KJ. Some effects of water on dentin bonding. *Dent Mater.* 1995; 11(2):132-6.

Jacques P, Hebling J. Effect of dentin conditioners on the microtensile bond strength of a conventional and a self-etching primer adhesive system. *Dent Mater.* 2005; 21(2):103-9.

Kanca J, 3rd. Wet bonding: effect of drying time and distance. *Am J Dent.* 1996; 9(6):273-6.

Kanca J, 3rd. One step bond strength to enamel and dentin. *Am J Dent.* 1997; 10(1):5-8.

Kanca J, 3rd. Effect of primer dwell time on dentin bond strength. *Gen Dent.* 1998; 46(6):608-12.

Kanemura N, Sano H, Tagami J. Tensile bond strength to and SEM evaluation of ground and intact enamel surfaces. *J Dent.* 1999; 27(7):523-30.

Lopes GC, Marson FC, Vieira LC, de Caldeira AM, Baratieri LN. Composite bond strength to enamel with self-etching primers. *Oper Dent.* 2004; 29(4):424-9.

Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res.* 1999; 78(8):1469-76.

Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater.* 2001; 17(6):504-11.

Miyazaki M, Onose H, Moore BK. Analysis of the dentin-resin interface by use of laser Raman spectroscopy. *Dent Mater.* 2002; 18(8):576-80.

Munehika T, Suzuki K, Nishiyama M, Ohashi M, Horie K. A comparison of the tensile bond strengths of composite resins to longitudinal and transverse sections of enamel prisms in human teeth. *J Dent Res.* 1984; 63(8):1079-82.

Nystrom GP, Holtan JR, Phelps RA, 2nd, Becker WS, Anderson TB. Temperature and humidity effects on bond strength of a dentinal adhesive. *Oper Dent.* 1998; 23(3):138-43.

Opdam NJ, Roeters FJ, Feilzer AJ, Verdonschot EH. Marginal integrity and postoperative sensitivity in Class 2 resin composite restorations in vivo. *J Dent.* 1998; 26(7):555-62.

Pashley DH, Tay FR. Aggressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching effects on unground enamel. *Dent Mater.* 2001; 17(5):430-44.

Perdigao J, Lopes L, Lambrechts P, Leitao J, Van Meerbeek B, Vanherle G. Effects of a self-etching primer on enamel shear bond strengths and SEM morphology. *Am J Dent.* 1997; 10(3):141-6.

Perdigao J, Geraldeli S. Bonding characteristics of self-etching adhesives to intact versus prepared enamel. *J Esthet Restor Dent*. 2003; 15(1):32-41; discussion 42.

Perdigão J, Van Meerbeek B, Lopes MM, Ambrose WW. The effect of a re-wetting agent on dentin bonding. *Dent Mater*. 1999; 15(4):282-95.

Prati C, Chersoni S, Mongiorgi R, Pashley DH. Resin infiltrated dentin layer formation of new bonding systems. *Oper Dent*. 1998; 23(185-94).

Shimada Y, Senawongse P, Harnirattisai C, Burrow MF, Nakaoki Y, Tagami J. Bond strength of two adhesive systems to primary and permanent enamel. *Oper Dent*. 2002a; 27(4):403-9.

Shimada Y, Yamaguchi S, Tagami J. Micro-shear bond strength of dual-cured resin cement to glass ceramics. *Dent Mater*. 2002b; 18(5):380-8.

Spohr AM, Correr Sobrinho L, Consani S, Sinhoreti MA, Borges GA. Effect of refrigeration on tensile bond strength of three adhesive systems. *Braz Dent J*. 2001; 12(2):75-9.

Sundfeld RH, de Oliveira CH, da Silva AM, Briso AL, Sundfeld ML. Resin tag length of one-step and self-etching adhesives bonded to unground enamel. *Bull Tokyo Dent Coll*. 2005; 46(3):43-9.

Sundfeld RH, da Silva AM, Croll TP, de Oliveira CH, Briso AL, de Alexandre RS, Sundfeld ML. The effect of temperature on self-etching adhesive penetration. *Compend Contin Educ Dent*. 2006; 27(10):552-6; quiz 557, 581.

Swift EJ, Jr., Perdigao J, Heymann HO. Bonding to enamel and dentin: a brief history and state of the art, 1995. *Quintessence Int*. 1995; 26(2):95-110.

Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. I: Depth of penetration beyond dentin smear layers. *Dent Mater*. 2001; 17(4):296-308.

Tay FR, Pashley DH, King NM, Carvalho RM, Tsai J, Lai SC, Marquezini L, Jr. Aggressiveness of self-etch adhesives on unground enamel. *Oper Dent*. 2004; 29(3):309-16.

Unemori M, Matsuya Y, Akashi A, Goto Y, Akamine A. Self-etching adhesives and postoperative sensitivity. *Am J Dent*. 2004; 17(3):191-5.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, Van Landuyt K, Lambrechts P, Vanherle G. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003; 28(3):215-35.

Vargas MA, Cobb DS, Denehy GE. Interfacial micromorphology and shear bond strength of single-bottle primer/adhesives. *Dent Mater*. 1997; 13(5):316-24.

Walker MP, Wang Y, Swafford J, Evans A, Spencer P. Influence of additional acid etch treatment on resin cement dentin infiltration. *J Prosthodont*. 2000; 9(2):77-81.

Wang H, Shimada Y, Tagami J. Shear bond stability of current adhesive systems to enamel. *Oper Dent*. 2004; 29(2):168-75.

Watanabe I, Nakabayashi N, Pashley DH. Bonding to ground dentin by a phenyl-P self-etching primer. *J Dent Res*. 1994; 73(6):1212-20.

ANEXO 1

```
*****
*          SANEST - SISTEMA DE ANALISE ESTATISTICA          *
*  Autores: Elio Paulo Zonta - Amauri Almeida Machado    *
*  Empresa de Pesquisa Agropecuaria de Minas Gerais-EPAMIG *
*          ANALISE DA VARIÁVEL MPA - ARQUIVO: RODRIGO      *
*****
```

CODIGO DO PROJETO: TESE MESTRADO

RESPONSÁVEL: RODRIGO SVERSUT

DELINEAMENTO EXPERIMENTAL: INTEIRAMENTE AO ACASO

OBSERVAÇÕES NÃO TRANSFORMADAS

NOME DOS FATORES

FATOR	NOME
A	ADESIVO
B	TEMPERAT

QUADRO DA ANÁLISE DE VARIÂNCIA

CAUSAS DA VARIACAO	G.L.	S.Q.	Q.M.	VALOR F	PROB.>F
ADESIVO	2	87.8426252	43.9213126	4.4823	0.01554
TEMPERAT	2	25.6666587	12.8333293	1.3097	0.27767
ADE*TEM	4	234.2945727	58.5736432	5.9777	0.00070
RESIDUO	54	529.1325162	9.7987503		
TOTAL	62	876.9363728			

MEDIA GERAL = 11.271428

COEFICIENTE DE VARIACAO = 27.772 %

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	P BOND	21	12.262381	12.262381	a	A
2	2	SE BOND	21	11.940000	11.940000	ab	A
3	3	PROMPT	21	9.611905	9.611905	b	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NÍVEL DE SIGNIFICÂNCIA INDICADO
D.M.S. 5% = 2.33069 - D.M.S. 1% = 2.94205

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO
DENTRO DE NORMAL DO FATOR TEMPERAT

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	SE BOND	7	12.931428	12.931428	a	A
2	1	P BOND	7	11.614286	11.614286	a	A
3	3	PROMPT	7	10.862857	10.862857	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO
DENTRO DE FRIO DO FATOR TEMPERAT

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	SE BOND	7	15.171428	15.171428	a	A
2	1	P BOND	7	11.048571	11.048571	b	AB
3	3	PROMPT	7	8.692857	8.692857	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE ADESIVO
DENTRO DE QUENTE DO FATOR TEMPERAT

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	P BOND	7	14.124285	14.124285	a	A
2	3	PROMPT	7	9.280000	9.280000	b	AB
3	2	SE BOND	7	7.717143	7.717143	b	B

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 4.03688 - D.M.S. 1% = 5.09579

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPERAT

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	NORMAL	21	11.802857	11.802857	a	A
2	2	FRIO	21	11.637619	11.637619	a	A
3	3	QUENTE	21	10.373809	10.373809	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 2.33069 - D.M.S. 1% = 2.94205

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPERAT
DENTRO DE P BOND DO FATOR ADESIVO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	3	QUENTE	7	14.124285	14.124285	a	A
2	1	NORMAL	7	11.614286	11.614286	a	A
3	2	FRIO	7	11.048571	11.048571	a	A

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPERAT
DENTRO DE SE BOND DO FATOR ADESIVO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	2	FRIO	7	15.171428	15.171428	a	A
2	1	NORMAL	7	12.931428	12.931428	a	A
3	3	QUENTE	7	7.717143	7.717143	b	B

TESTE DE TUKEY PARA MEDIAS DE TEMPERAT
DENTRO DE PROMPT DO FATOR ADESIVO

NUM.ORDEM	NUM.TRAT.	NOME	NUM.REPET.	MEDIAS	MEDIAS ORIGINAIS	5%	1%
1	1	NORMAL	7	10.862857	10.862857	a	A
2	3	QUENTE	7	9.280000	9.280000	a	A
3	2	FRIO	7	8.692857	8.692857	a	A

MEDIAS SEGUIDAS POR LETRAS DISTINTAS DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE
SIGNIFICANCIA INDICADO

D.M.S. 5% = 4.03688 - D.M.S. 1% = 5.09579
DIFEREM ENTRE SI AO NIVEL DE SIGNIFICANCIA INDICADO

ANEXO 2

Solução corante para análise do padrão de fratura*

Hematoxilina8g

Alumen.....2g

Etanol.....30ml

Água destilada.....170ml

*Baseado na solução de Sundfeld, et al., 2004.

The Influence of Temperature of Three Adhesive Systems on Bonding to Ground Enamel

RS Alexandre • RH Sundfeld
M Giannini • JR Lovadino

Clinical Relevance

The temperature of adhesive systems must be considered an important factor for the good clinical performance of bonding procedures.

SUMMARY

This study evaluated the microtensile bond strength test (μ T), micromorphology of resin-enamel interface (RET) and etching patterns (EP) promoted by the etch-and-rinse adhesive Prime&Bond NT (PB) and two self-etching adhesives Clearfil SE Bond (SE) and Adper Prompt L-Pop (APR) to ground bovine enamel surfaces, when applied at temperatures of 5°C (C), 40°C (H)

and 20°C (R). *Materials and Methods.* Sixty-three bovine incisors were randomly divided into nine experimental groups (n=7) according to adhesive systems and temperatures. The buccal enamel surfaces were flattened with 600-grit SiC paper and abraded with a diamond bur under water-cooling. The adhesive systems were applied according to the manufacturer's instructions. After the restorative procedures, the specimens were sectioned into five slabs. Four slabs were prepared for μ T and one for interface analysis. For etching pattern analysis, the remaining 16 bovine enamel fragments were used (n=2). The adhesives were applied and the surfaces were rinsed with organic solvents after application. The specimens for RET and EP analysis were prepared for SEM analysis. *Results.* No significant differences among the adhesives were found at R temperature. However, at 5°C, PB and APR presented lower bond strength than SE. At H temperature, higher bond strength was observed for PB than for APR and SE. At C and H temperature, formation of the interdiffusion zone was impaired and the treated enamel surfaces presented an undefined EP.

*Rodrigo Sversut de Alexandre, DDS, MS, PhD candidate, undergraduate student, Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School, UNICAMP, Piracicaba, Brazil

Renato H Sundfeld, DDS, MS, PhD, associate professor, Department of Restorative Dentistry, Araçatuba Dental School, UNESP, Brazil

Marcelo Giannini, DDS, MS, PhD, associate professor, Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School, UNICAMP, Brazil

João Roberto Lovadino, DDS, MS, PhD, associate professor, Department of Restorative Dentistry, Piracicaba Dental School, UNICAMP, Brazil

*Reprint request: Av. Limeira 901, Piracicaba, SP- CEP 13414-018, Brazil; e-mail: alexandre.rs@fop.unicamp.br and rodrigo.alexandre@ig.com.br

DOI: 10.2341/07-79

ANEXO 4

Rodrigo Sversut de Alexandre

De: Operative Dentistry [editor@jopdent.org]
Enviado em: sexta-feira, 16 de janeiro de 2009 14:49
Para: Rodrigo Sversut de Alexandre
Assunto: RE: Rodrigo Sversut from Brazil

Permission is granted to use this paper for your Thesis. Be sure to give proper copyright credit and we require one copy of the thesis be sent to us for our files.

Joan Matis
Editorial Assistant/Subscription Manager
Operative Dentistry
email: Editor@jopdent.org
Fax: +317-852-3162

From: Rodrigo Sversut de Alexandre [mailto:rodrigoss.alexandre@yahoo.com.br]
Sent: Monday, January 12, 2009 6:36 AM
To: Operative Dentistry
Subject: Rodrigo Sversut from Brazil

Dear editor of Operative Dentistry

I am writing to ask permission to use in my thesis the paper entitled "**The influence of temperature of three adhesive systems on bonding to ground enamel**, 2008 May-Jun;33(3):272-81", published by Operative Dentistry.

This paper will be part of my thesis that will be presented on Piracicaba Dental School – UNICAMP - Brazil. It will be a chapter and will be published integrally without any modification, besides it will be cited that Operative Dentistry owns all copyright. Two copies this document will be delivered to university library and will be filed.

Thanks for your attention
Rodrigo Sversut de Alexandre