

Luca Marigo  
Giampiero la Torre  
Nicola Maria Grande\*  
Gaspere Rumi  
Francesco Somma\*

Università Cattolica del Sacro Cuore di Roma  
Istituto di Clinica Odontoiatrica  
Direttore Prof. Renzo Raffaelli  
Cattedra di Odontoiatria Conservatrice II  
Titolare: Prof. Gaspere Rumi  
\*Cattedra di Odontoiatria Conservatrice III  
Titolare: Pof. Francesco Somma

Corrispondenza:  
Dott. Luca Marigo  
Largo Agostino Gemelli, 8  
00168 Roma  
Tel.: 0630154286  
Fax: 063051159  
E-mail: luca\_marigo@fastwebnet.it

Pervenuto in Redazione il 14 ottobre 2005  
Accettato per la pubblicazione il 23 novembre 2005

# Aspetti morfologici della diffusione dell'adesivo nella dentina canalare condizionata con differenti metodiche

Morphological aspect of the adhesive interdiffusion in canal dentin after different conditioning methods

## RIASSUNTO

**Scopo:** si è voluto valutare *in vitro* la struttura e la capacità di un adesivo resinoso di penetrare nella dentina dopo la rimozione del fango dentinale. Gli zaffi di resina ottenuti riproducono la morfologia dei tubuli dentinali mostrando l'orientamento, la densità e la lunghezza degli stessi dopo la detersione canalare.

**Metodologia:** dopo trattamento endodontico, è stato preparato il *post space* in 30 elementi dentari anteriori che sono stati divisi in tre gruppi: nei campioni del gruppo A la dentina è stata mordenzata con acido fosforico al 37%, nel gruppo B è stata detersa con EDTA al 17% ed ipoclorito di sodio, nel gruppo C la dentina è stata irrigata con perossido di idrogeno. In tutti i canali è stato cementato un perno in fibra, previa applicazione di un adesivo *one bottle*. Tutti i campioni sono stati preparati per l'osservazione al microscopio elettronico a scansione degli zaffi resinosi sulla superficie dei perni. Sono stati presi in considerazione i terzi coronali, medi ed apicali.

**Risultati:** le immagini al microscopio elettronico a scansione dei campioni del gruppo A hanno rivelato che la mordenzatura ha svolto il suo ruolo favorendo la penetrazione di adesivo nelle zone cervicali e medie delle radici (70-100 µm), ma non tutte le aree hanno mostrato simili effetti, producendo zaffi più corti (7-1,5 µm) soprattutto nella zona apicale. I campioni del gruppo B hanno mostrato una grande concentrazione di zaffi lunghi (100-60 µm) anche nella zona apicale (30-1,5 µm). Nel gruppo C non era presente alcun zaffo.

**Conclusioni:** il condizionamento dentina-

le eseguito con irrigazioni a base di EDTA ed ipoclorito mostra una migliore capacità di detersione rispetto all'acido e al perossido di idrogeno e favorisce la penetrazione di adesivo all'interno della dentina.

**Parole chiave:**  
Condizionamento dentinale, mordenzatura, EDTA, ipoclorito di sodio.

## ABSTRACT

**Aim:** to evaluate *in vitro* the qualitative characteristics of the surface and the penetration of an dental adhesive in to the dentin after smear layer removal. Resin tags reproduce morphology of dentin canal tubules showing their orientation, density and length after root canal cleaning.

**Methodology:** thirty anterior teeth were endodontically treated and post spaces were prepared, than they were divided in 3 groups at random: root channels of group A were etched with 32% phosphoric acid, group B were irrigated with EDTA 17% and sodium hypochlorite, the samples of group C were irrigated with hydrogen peroxide solution. All the teeth were treated with a bonding system "one bottle" and fiber posts were luted into the canals. These samples were then processed for evaluation by SEM of the resin tags on post surface. The observations were made in the cervical third, in the middle third and in the apical third of the posts.

**Results:** the observations of group A samples revealed that etching agent is able to favour adhesive penetration in the cervical and middle zones of the roots (70 - 100 µm), but not all areas exhibited equal responses

to etching showing shorter resin tags (7-1,5 µm) especially in the apical zone. Group B samples showed great concentration of long resin tags (100-60 µm) even in the apical zone (30-1,5 µm). No resin tags are present in group C.

**Conclusions:** dentin conditioning with EDTA and hypochlorite showed best cleaning ability respect to acid etching and hydrogen peroxide solution enhancing bond penetration in to the dentin.

**Key words:**  
Dentin conditioning, etching, EDTA, sodium hypochlorite.

## INTRODUZIONE

La necessità clinica di restaurare elementi dentari che hanno subito trattamenti canalari, ripristinando al meglio le condizioni fisiologiche e meccaniche, sta suggerendo ormai da anni di rendere uniforme l'interfaccia tra il restauro ed i tessuti duri del dente, attuando quei trattamenti che maggiormente si adeguano alle caratteristiche biologiche e chimiche del dente da restaurare. Storicamente la ricerca si è preoccupata di proporre nuovi disegni di perni con la finalità di assicurare principalmente una resistenza di tipo meccanico, direttamente tra il restauro e la dentina canalare. Visti i crescenti insuccessi offerti soprattutto da parte dei perni metallici, solo recentemente si è posta l'attenzione sulla possibilità di utilizzare materiali con elasticità simile alla dentina (1, 2) e sulla necessità di alloggiarli nel canale radicolare con l'ausilio di sistemi di cementazione che potessero integrarsi strutturalmente con la matrice di per-

ni, da un lato, e con il substrato dentinale, dall' altro. In altre parole, più che ricercare ritenzione macromeccanica, attualmente ci si avvale della possibilità di ottenere un'adesione chimica e micromeccanica mediante la formazione di uno strato ibrido tra restauro e dentina canalare.

Per ottenere un'adeguata interfaccia tra dentina e materiali ricostruttivi, è stata da più Autori sottolineata l'importanza di condizionare le fibre collagene dei denti vitali a livello coronale ricercando il conseguimento della formazione dello "strato ibrido" e quindi di una rete di interconnessioni a livello peritubulare ed intertubulare (3,4); similmente, nei denti non vitali, è apparsa necessaria la rimozione del fango dentinale, ossia la completa rimozione dei detriti di lavorazione dal canale per consentire di aprire completamente i lumi dei tubuli dentinali e favorire l'ingresso di adesivo ed eventualmente del cemento a contatto della dentina intratubulare (5, 6). È chiaro, dunque, che per rendere possibile il teorema del "monoblocco perno-dentale" risulta fondamentale effettuare nel migliore dei modi il primo passaggio conseguente all'eliminazione della componente organica pulpare, vale a dire la rimozione dei detriti inorganici che si sono formati in seguito alla preparazione del *post space*, ossia dello spazio deputato a ricevere il perno endocanalare. Tali detriti, come più volte sottolineato, occludono i lumi dei tubuli dentinali, rendendo impossibile la penetrazione dell'adesivo, e contengono cellule batteriche che possono inquinare il canale (7, 8). Tuttavia, tra le tante, risulta fondamentale comprendere quale sia la migliore tecnica di preparazione che consenta di ottenere, di rimando, elevati valori di diffusione delle resine adesive e di cementazione. I problemi inerenti lo scarso grado di legame tra i cementi utilizzati per l'applicazione di perni in fibra di carbonio e la dentina, hanno portato diversi Autori ad orientare la ricerca verso lo studio e l'applicazione della tecnica *total etching*, nel fissaggio endocanalare dei perni non metallici.

Diversi Autori (9,10) hanno da subito pensato di applicare i protocolli per la formazione dello "strato ibrido", così come si effettua nelle cavità coronali, sfruttando l'azione dell'acido mordenzante sulla parete di dentina canalare, offrendo un ottimo sito di legame per l'adesivo utilizzato, garantendo un'adesione fisica e meccanica appropriata. Numerose sperimentazioni (11-13) hanno dimostrato che l'uso combinato di ipoclori-

to di sodio e di EDTA è particolarmente efficace nella rimozione dei detriti organici e dei residui inorganici. Tale caratteristica, utilizzata da moltissimi clinici durante l'ale-saggio canalare, può essere utilizzata anche in fase di condizionamento della dentina prima del fissaggio di perni non metallici, tanto più che l'ipoclorito di sodio, avendo una bassa tensione superficiale, giunge passivamente anche ai recessi inaccessibili alla strumentazione. Resta da vedere se ciò possa recare vantaggio o meno alla penetrazione di adesivo all'interno dei tubuli dentinali. Da qui è nata la nostra idea di condurre uno studio *in vitro* con la finalità di rilevare come due tecniche differenti per la rimozione dello *smear layer* possano influire sulla formazione degli zaffi di adesivo, all'interno dei tubuli dentinali.

## MATERIALI E METODI

Sono stati selezionati 30 elementi dentari anteriori; ogni elemento è stato decoronato 1 mm al di sopra della linea amelo-cementizia, quindi sottoposto, nel rispetto della tecnica di Scianamblo e Ruddle (14), ad apertura, detersione e sagomatura della camera pulpare. Gli irriganti utilizzati ad ogni ricapitolazione sono stati l'acido etilendiaminotetracetico (EDTA) e l'ipoclorito di sodio (NaOCl). L'otturazione del canale è stata effettuata con la metodica della condensazione laterale, con guttaperca e cemento. La rimozione della guttaperca consolidata, è stata inizialmente affidata all'uso di *gates glidden*; in seguito sono state utilizzate le frese calibrate per sagomare l'alloggiamento del perno da cementare, avendo cura che non rimanessero residui di materiale di chiusura lungo le pareti del *post space*.

I 30 elementi sono stati suddivisi in tre gruppi.

### Gruppo A

Dieci elementi sono stati trattati previa mordenzatura del canale con acido ortofosforico ( $H_3PO_4$ ) al 37% (Scotchbond, 3M). Di seguito sono stati effettuati abbondanti lavaggi con soluzione fisiologica, al fine di rimuovere i residui di acido nel canale, che è stato, infine, asciugato mediante coni di carta.

### Gruppo B

Ulteriori 10 elementi sono invece stati sot-

toposti alla tecnica combinata d'irriganti EDTA + NaOCl; nello specifico è stato usato lavaggio con EDTA liquido al 17% (Ogna, Laboratori Farm, Milano, Italia) per 3 min, seguito da bagno con ipoclorito di sodio al 5% (Nicolor 5 dentale, Ogna, Laboratori Farm, Milano, Italia) per 10 min.

Infine i campioni sono stati irrigati con  $H_2O_2$  al 3,6% (Ogna) per rimuovere dal canale l'NaOCl residuo (15).

### Gruppo C

Come gruppo di confronto sono stati utilizzati gli ultimi 10 elementi del campionario a disposizione. Si è utilizzato solo  $H_2O_2$  al 7,2 % (Ogna, Laboratori Farm, Milano, Italia), il cui effetto nell'irrigazione è quello di rimuovere e portare in superficie i residui grossolani della strumentazione meccanica grazie alla sua effervescenza (16).

Per la fase di cementazione ci si è avvalsi del cemento duale della ditta 3M, il Relyx ARC, previo utilizzo dell'adesivo *one bottle* Scotchbond 1 (3M). Sono state effettuate due stratificazioni di tale adesivo che prevede l'abbinamento di *primer* e *bond* in un'unica soluzione; a seguire il cemento è stato applicato nello spazio endodontico con l'utilizzo di un lentulo.

Per l'osservazione al microscopio elettronico a scansione (Philips 515), in ciascuno dei gruppi abbiamo sottoposto i campioni a metodica di acidificazione mediante un bagno di acido cloridrico (HCl 37%) per 24h circa, al fine di sciogliere l'intera porzione radicolare e di poter valutare le dimensioni e la morfologia degli zaffi di adesivo che si erano venuti a formare.

Tutti i campioni sono stati montati su *stubs* e metallizzati per l'osservazione microscopica ad ingrandimenti da 300x a 1500x.

## RISULTATI

### Gruppo A

Il gruppo, valutato nella sua globalità, rivela che la mordenzatura ha efficacemente svolto il suo ruolo tanto che sono ben visibili, sia in ambito coronale che medio ed apicale, zaffi di resina penetranti all'interno della trama dentinale. Tuttavia si è registrata una discontinuità nella distribuzione delle aree ad alta penetrazione, specie a partire dal terzo medio-apicale; ovvero, si registra

una riduzione numerica degli zaffi man mano che ci si sposta verso l'apice.

Coronalmente, a piccolo ingrandimento (326x), è facile notare la presenza di zaffi (Fig. 1) tra loro paralleli con andamento longitudinale (rispetto all'asse longitudinale del perno). La stima della lunghezza media è approssimabile intorno ai 70  $\mu\text{m}$ . È apprezzabile il decorso non regolare dei *tags* evidenziato dalla presenza di alcune irregolarità della struttura tronco-conica, che a maggior ingrandimento si rivelano essere delle interconnessioni secondarie, che si dipanano dallo zaffo principale.

A livello del terzo medio (Fig. 2), la densità degli zaffi di penetrazione diviene meno omogenea. Si evidenzia la presenza di isole di ciuffi, alternate ad intere aree più piatte, ove l'adesivo palesa una maggiore difficoltà di penetrare entro i tubuli, tanto che la lunghezza di tali *tags* oscilla tra 2,5 e 10  $\mu\text{m}$ .

A livello apicale, l'andamento degli zaffi è perpendicolare all'asse del perno; la superficie dei campioni diviene notevolmente più piatta con conglomerati di zaffi della lunghezza di 7  $\mu\text{m}$  alternati ad aree con *tags* più schiacciati (2,5  $\mu\text{m}$ ), decisamente poco pronunciati (1,5  $\mu\text{m}$ ) od appena accennati, al punto da mostrare una superficie solo di poco ondulata (Fig. 3).

#### Gruppo B

Il gruppo B, nella sua globalità, mostra un'ottima uniformità di distribuzione degli zaffi di resina, tanto che i campioni nel lo-

ro aspetto complessivo appaiono ben distribuiti in ognuno dei tre distretti dentali. L'analisi delle caratteristiche dei *tags* rende inoltre merito della tanto declamata ottima capacità chelante e penetrativa da parte degli agenti liquidi utilizzati (EDTA + NaOCl) per l'apertura dei tubuli.

A livello coronale, gli zaffi hanno un andamento finemente appaiato e sono visibili zaffi ad andamento longitudinale lievemente ondulati con una buona sovrapposizione tridimensionale; ciò che colpisce è la lunghezza dei *tags*, variabile mediamente tra i 60 ed i 100  $\mu\text{m}$ , ed il loro ordine di distribuzione, tanto che a piccolo ingrandimento (326x) si può vedere come la ripartizione degli zaffi sia quasi pettinata lungo l'intero percorso (Fig. 4).

A maggior ingrandimento (1310x) sono visibili interconnessioni secondarie, sottili e lineari.

Spostandoci verso il distretto apicale, gli zaffi si riducono in dimensioni e divengono dapprima obliqui ed infine, a contatto con il terzo apicale, praticamente perpendicolari all'asse del perno. La lunghezza media degli zaffi si riduce a 25-50  $\mu\text{m}$ ; tuttavia la ricopertura di questo distretto del campione risulta nuovamente ben uniformata (Fig. 5). A livello apicale l'area appare costituita da isolette di ciuffi resinosi fittamente stipati tra loro e con andamento perpendicolare. Aree di maggior penetrazione (30  $\mu\text{m}$ ) si alternano ad altre praticamente sprovviste di *tags*, ove questi ultimi sono di poco accennati (5  $\mu\text{m}$ ) o di aspetto digitiforme con un anda-

mento maggiormente piatto, non uniformato alle altre aree.

In ogni caso la distribuzione degli zaffi risulta più che buona ed i *tags* presenti mostrano un fitto numero di connessioni secondarie, che conferiscono talvolta un aspetto arboriforme con "bracci laterali". (Fig. 6).

#### Gruppo C

Nel gruppo C, come era prevedibile, può essere evidenziata un'assoluta mancanza di penetrazione dell'adesivo all'interno dei tubuli dentali.

La superficie appare piatta e crateriforme con notevoli imperfezioni e rugosità, imputabili ad un'area dentinale decisamente poco pulita e ricoperta da frustoli di lavorazione.

Gli zaffi di adesivo non sono presenti, né descrivibili in alcuno dei tre distretti: coronale (Fig. 7), medio ed apicale.

## DISCUSSIONE

Il problema della presenza dello *smear layer* ha reso difficile l'utilizzo di sistemi adesivi che basano la loro azione su un'interazione micro-meccanica, ovvero di quei sistemi di nuova generazione che prevedono il perfetto condizionamento della dentina per garantire alti livelli di resistenza meccanica agli stress dei carichi masticatori.

I problemi inerenti lo scarso grado di lega-



Fig. 1 - 326x, distretto coronale, gruppo A. Zaffi tronco-conici ad andamento longitudinale rispetto all'asse del perno cementato.

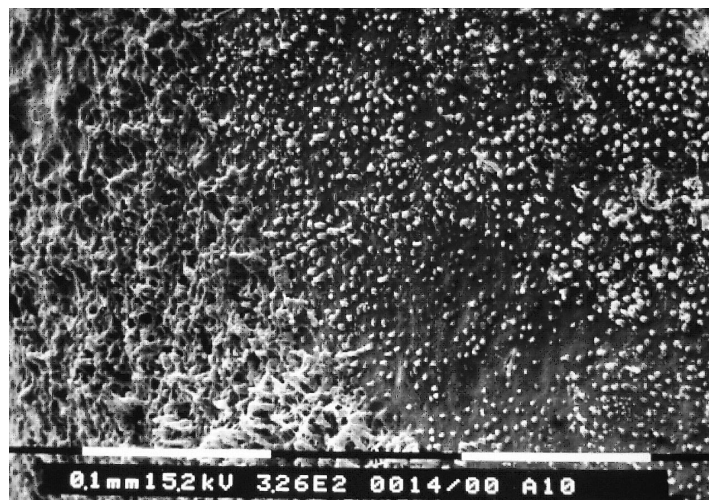


Fig. 2 - 326x; distretto medio, gruppo A. Si valuta l'alterazione della direzione degli zaffi rispetto all'asse lungo del restauro. La distribuzione appare disomogenea.



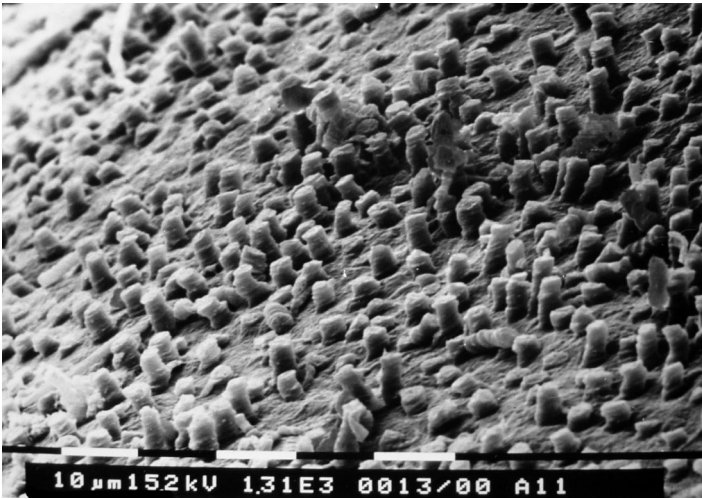


Fig. 3 - 1310x, distretto apicale, gruppo A. Resin tags bottonuti e scarsamente penetrati con andamento perpendicolare all'asse del restauro.

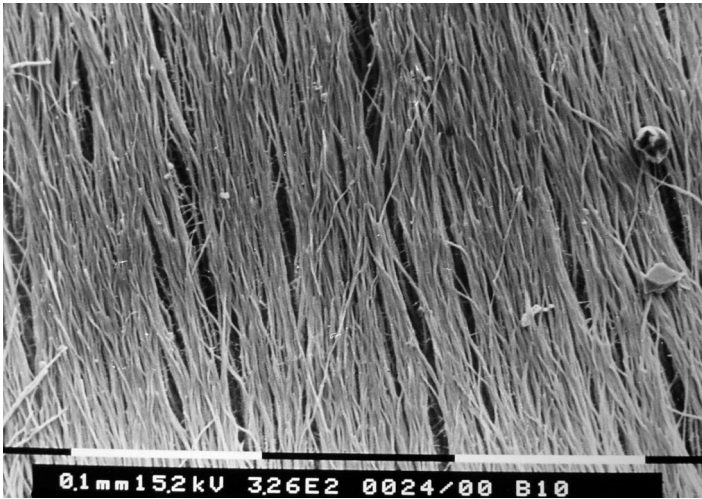


Fig. 4 - 326x, distretto coronale, gruppo B. Alta densità di zaffi di adesivo con qualche anastomosi.

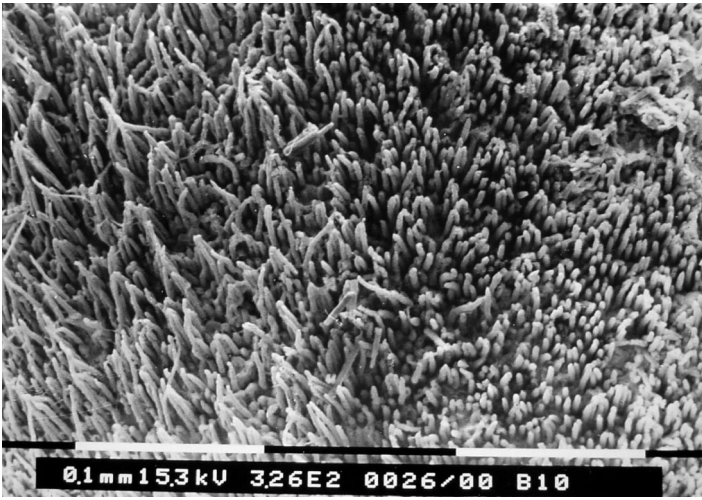


Fig. 5 - 326x, distretto medio, gruppo B. Abbondante presenza di zaffi di adesivo con inclinazione leggermente disomogenea.

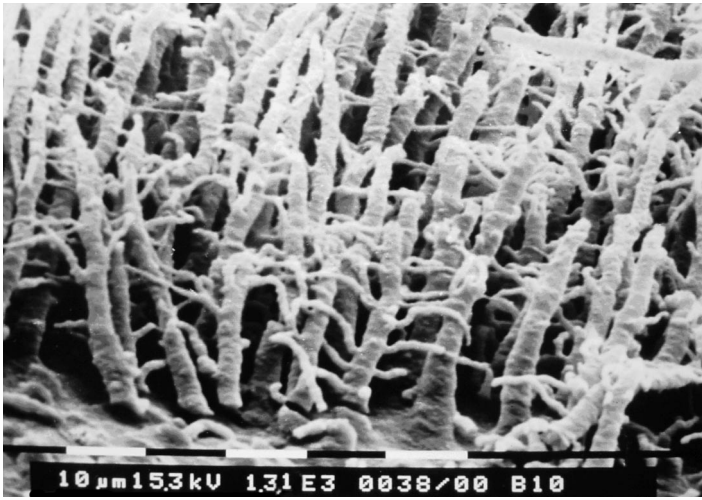


Fig. 6 - 1310x, distretto apicale, gruppo B. Resin tags ben sviluppati con aspetto arboriforme.

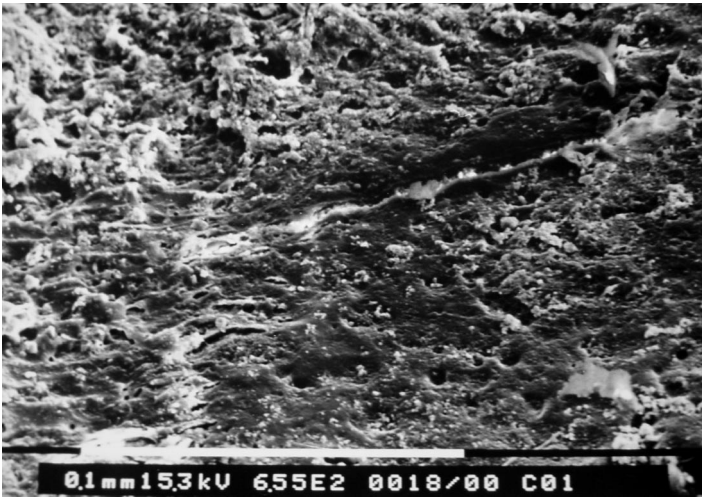


Fig. 7 - 655x, coronale, gruppo C. Superficie del restauro: non si evidenziano formazioni di resin tags.

me tra i cementi utilizzati per l'applicazione di perni in fibra di carbonio e la dentina hanno portato diversi Autori ad orientare la ricerca verso lo studio e l'applicazione della tecnica *total etching* nel fissaggio endocanalare dei perni non metallici. La pratica clinica ha ampiamente dimostrato che su denti vitali la demineralizzazione dentinale di 1-7 µm, determinata dall'acido ortofosforico al 37%, offre un ottimo sito di legame per l'adesivo utilizzato, garantendo un'adesione fisica e meccanica come risultante finale. Tuttavia l'efficacia dell' $H_3PO_4$ , in quanto "capacità di apertura dei tubuli dentinali", deve essere rivalutata quando andiamo a ricostruire denti devitalizzati e dunque portiamo i nostri restauri all'interno dei canali radicolari: nelle immagini ottenute osservando i campioni del gruppo A, risulta evidente che l'indice di penetrazione all'interno dei tubuli non è elevato, a tal punto che po-

tremmo affermare che l'azione dei mordenzanti si esplica più sulla superficie dentinale che in profondità, tralasciando la parte più profonda dello *smear plug*.

La metodica che prevede l'utilizzo di EDTA + NaOCl, invece, associa due prodotti molto utilizzati nell'ambito dell'endodonzia; questi prodotti sono, secondo molti Autori (12,13,17), in grado di garantire una migliore detersione dentinale, come confermato dal nostro studio.

L'EDTA ha la proprietà di rimuovere i sali di calcio dalle pareti interne dei canali radicolari, innescando un processo di chelazione a lenta deattivazione. È proprio il problema dello scarso autospegnimento della reazione che ha condotto all'utilizzo di deattivatori chimici, a seguito dell'osservazione dei danni dentali (18-20) conseguenti a lunghe irrigazioni effettuate col solo EDTA (ero-

sioni e disgregazioni della dentina peritubulare ed intertubulare).

Tuttavia, l'utilizzo del lavaggio finale con ipoclorito di sodio lasciato in sede per alcuni minuti non ha avuto, secondo noi, tanto lo scopo di disattivare l'azione dell'EDTA, che - come da noi verificato in un recente studio (15) - tende a disattivarsi da solo, ma quello di determinare la dissoluzione della matrice organica che l'EDTA depone all'interno del tubulo, man mano che lo demineralizza; ciò è in accordo con quanto espresso da Niu (21).

## CONCLUSIONI

Alla fine della nostra ricerca sarebbe sem-

plice, ma forse troppo frettoloso affermare che il trattamento migliore per la cementazione dei perni non metallici sia quello che prevede il trattamento della dentina secondo il protocollo EDTA+ NaOCl che è risultato il più efficace nell'apertura superficiale e profonda dei tubuli dentinali e nell'ottenimento di una distribuzione più omogenea degli zaffi di resina. Riteniamo che sia comunque valido l'utilizzo dei mordenzanti entro il canale, anche perché conosciamo il valore di tale procedura nella pratica clinica. Ci proponiamo, piuttosto, di valutare i due protocolli mediante un test di trazione tensile, per verificare, come già è avvenuto in passato (22), se veramente la differenza di lunghezza degli zaffi resinosi esplichino un ruolo significativo nella ritenzione del manufatto.

## BIBLIOGRAFIA

- Rovatti L, Dallari A. Nuove ricerche sui perni endocanalari in fibra di carbonio. *Min Stom* 1994; 49:557-63.
- Torbjerner A, Karlsson S, Syverud M, Hensten-Pettersen A. Carbon fiber reinforced root canal posts: mechanical and cytotoxic properties. *Eur J Oral S* 1996; 10: 605-1.
- Nakabayashi N, Ashizawa M, Nakamura M. Identification of a resin-dentin hybrid layer in vital human dentin created in vivo: durable bonding to vital dentin. *Quintess Int* 1992; 23:135-41.
- Van Merbeek B, Inokoshi S, Braem M, Lambrechts P, Vanherle G. Morphological aspects of the resin dentin interdiffusion zone with different dentin adhesive systems. *J Dent Res* 1992; 71:1530-40.
- Wu MK, Pehlivan Y, Kontakiotis EG, Wesselink PR. Microleakage along apical root filling and cemented posts. *J Prosthet Dent* 1998; 79:264-9.
- Muniz L, Mathias P. The influence of sodium hypochlorite and root canal sealers on post retention in different dentin regions. *Oper Dent* 2005; 30: 533-9.
- Mader CL, Baumgartner JC, Peters DD. Scanning electron microscopic investigation of the smeared layer on root canal walls. *J Endod* 1984; 10:477-83.
- Cengiz T, Aktener BO, Pi'kin B. The effect of dentinal tubule orientation on the removal smear layer by root canal irrigation. A scanning electron microscopic study. *Int End J* 1990; 23:163-71.
- Pashley DH. The effects of acid etching on the pulp-dentin complex. *Oper Dent* 1992; 17:229-42.
- Ferrari M, Mannocci F, Vichi A, Cagidiaco MC, Mjor IA. Bonding to root canal: structural characteristics of the substrate. *Am J Dent* 2000; 13:255-60.
- Goldman M, Goldman LB, Cavalieri R, Bogis J, Lin PS. The efficacy of several endodontic irrigating solutions: a scanning electron microscopic study. Part 2. *J Endod* 1982; 8:487-92.
- Baumgartner JC, Mader C. A scanning electron microscopic evaluation of four root canal irrigation regimens. *J Endod* 1987; 13:147-57.
- Torabinejad M, Cho Y, Al Khademi A, Baklend L, Shabahang S. The effect of various concentrations of sodium hypochlorite on the ability of MTAD to remove the smear layer. *J Endod* 2003; 29:233-9.
- Ruddle CJ. Endodontic canal preparation: breakthrough cleaning and shaping strategies. *Dent Today* 1994; 13:44-6.
- Grande NM, Plotino G, Butti A, Pomponi M, Somma F. Interazione fra EDTA ed ipoclorito di sodio: analisi alla Risonanza Magnetica Nucleare. *Gior It End* 2004; 18:136-41.
- Svec TA, Harrison JW. Chemomechanical removal of pulpal and dentinal debris with sodium hypochlorite and hydrogen peroxide vs normal saline solution. *J Endod* 1977; 3:49-53.
- Yamada RS, Armas A, Goldman M, Lin PS. A scanning electron microscopic comparison of a high volume final flush with several irrigating solutions. Part III. *J Endod* 1983; 9:137-42.
- Calt S, Serper A. Smear layer removal by EG-TA. *J Endod* 2000; 26:459-61.
- Goldberg F, Abramovic A. Analysis of the effect of EDTA on the dentinal walls of the root canal. *J Endod* 1977; 3: 101-5.
- Patterson S. In vivo and in vitro studies of the disodium salt of EDTA on human dentine and its endodontic implications. *Oral Surg Oral Med Oral Path* 1962; 16:83-103.
- Niu W, Yoshioka T, Kobayashi C, Suda H. A scanning electron microscopy study of dentinal erosion by final irrigation with EDTA and NaOCl solutions. *Int Endod J* 2002; 35:934-9.
- la Torre G, Marigo L, Boari A. Bonding of composite resins to dentin: SEM observation of one-component enamel bonding systems. *Min Stom* 1999; 48:297-305.