



**Universidade Estadual de Campinas
Faculdade de Odontologia de Piracicaba**

MARCUS VINÍCIUS LOUREIRO BERTOLO

Influência da aplicação assistida por corrente elétrica de sistemas adesivos comerciais na interface adesiva

Influence of the electric-current-assisted application of commercial adhesive systems on the adhesive interface

Piracicaba 2020

MARCUS VINÍCIUS LOUREIRO BERTOLO

Influência da aplicação assistida por corrente elétrica de sistemas adesivos comerciais na interface adesiva

Influence of the electric-current-assisted application of commercial adhesive systems on the adhesive interface

Tese apresentada a Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas como parte dos requisitos exigidos para a obtenção do título de Doutor em Materiais Dentários.

Thesis presented to the Piracicaba Dental School of the University of Campinas in partial fulfillment of the requirements for the degree of Doctor in Dental Materials.

Orientador: Mário Alexandre Coelho Sinhoreti

Este exemplar corresponde à versão final da tese defendida pelo aluno Marcus Vinicius Loureiro Bertolo e orientada pelo Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti.

Piracicaba 2020

Ficha catalográfica
Universidade Estadual de Campinas
Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Piracicaba
Marilene Girello - CRB 8/6159

B462i Bertolo, Marcus Vinícius Loureiro, 1989-
Influência da aplicação assistida por corrente elétrica de sistemas adesivos comerciais na interface adesiva / Marcus Vinícius Loureiro Bertolo. – Piracicaba, SP : [s.n.], 2020.

Orientador: Mário Alexandre Coelho Sinhoreti.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Adesivos dentinários. 2. Materiais dentários. 3. Resistência à tração. 4. Infiltração dentária. I. Sinhoreti, Mário Alexandre Coelho, 1969-. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para Biblioteca Digital

Título em outro idioma: Influence of the electric-current-assisted application of commercial adhesive systems on the adhesive interface

Palavras-chave em inglês:

Dentin-bonding agents

Dental materials

Tensile strength

Dental leakage

Área de concentração: Materiais Dentários

Titulação: Doutor em Materiais Dentários

Banca examinadora:

Mário Alexandre Coelho Sinhoreti [Orientador]

Manoel Damião de Sousa Neto

Sergio Augusto de Freitas Vincente

Luís Roberto Marcondes Martins

Laurenço Corrêa Sobrinho

Data de defesa: 20-02-2020

Programa de Pós-Graduação: Materiais Dentários

Identificação e informações acadêmicas do(a) aluno(a)

+ ORCID do autor: <https://orcid.org/0000-0003-0434-0523>

+ Currículo Lattes do autor: <http://lattes.cnpq.br/0940069949423810>



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba

A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 20 de Fevereiro de 2020, considerou o candidato **MARCUS VINÍCIUS LOUREIRO BERTOLO** aprovado.

PROF. DR. MÁRIO ALEXANDRE COELHO SINHORETI

PROF. DR. MANOEL DAMIÃO DE SOUSA NETO

PROF. DR. SERGIO AUGUSTO DE FREITAS VINCENTE

PROF. DR. LUÍS ROBERTO MARCONDES MARTINS

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO

A Ata da defesa, assinada pelos membros da Comissão Examinadora, consta no SIGA/Sistema de Fluxo de Dissertação/Tese e na Secretaria do Programa da Unidade.

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho a minha família, namorada, amigos e todos que estiveram comigo ao longo desses anos de pós-graduação.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A **Deus**, que iluminou o meu caminho durante esta caminhada.

Aos meus **pais Eduardo e Sônia**, que me deram todo amor e suporte necessário para eu concluir mais essa etapa importante da minha vida.

A minha **irmã Juliana** por toda amizade, carinho e companheirismo; por sempre estar me incentivando e torcendo por minhas conquistas.

A minha **namorada Juliana**, por toda paciência, compreensão, carinho e amor.

AGRADECIMENTOS

O presente trabalho foi realizado com apoio da Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – Brasil (CAPES) – Código de financiamento 001.

A Faculdade de Odontologia de Piracicaba, nas pessoas do seu Diretor, **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto**.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti** por me aceitar como orientado, pelos ensinamentos, paciência, atenção e acolhimento durante todo o mestrado e doutorado.

Ao Coordenador do Programa de Pós-graduação em Materiais Dentários **Prof. Dr. Américo Bortolazzo Correr** e a ex-coordenadora **Profa. Dra. Regina Maria Puppini Rontani**.

Aos **Profs. Drs. Mario Fernando de Goes, Simonides Consani, Lourenço Correr Sobrinho e Américo Bortolazzo Correr** docentes da Área Materiais Dentários e aos demais professores do corpo docente do curso de Pós-Graduação em Materiais Dentários pelos ensinamentos e apoio.

Ao **Prof. Dr. Luís Felipe Jochims Schneider** por todo carinho, atenção e confiança em mim depositada desde a época da graduação. Sem o incentivo dele, nada disso seria possível.

Ao **Prof. Dr. Rafael Pino Vitti** pela sua amizade e por toda ajuda durante o mestrado e doutorado.

Aos funcionários da Área Materiais Dentários, **Marcos Blanco Cangiani** e **Selma Aparecida Barbosa Segalla** por estarem sempre dispostos a ajudar em todos os momentos.

A todos os amigos que fiz durante a pós-graduação no Departamento de Materiais Dentários **Maurício Bottene Guarda, Henrique Kors Quiles, Isaac Jordão de Souza Araújo, Julia Puppini Rontani, Paolo Tulio Di Nizo, Paulo Vitor Campos Ferreira, Marina B. Pereira Moreno, Renally Wanderley, Gabriel Abuna, Jamille Favarão, Maurício Matté Zanini, Bruna Marin Fronza, Vitaliano**

Neto, Caio Nobre, Aila Leal, Eduardo de Castro, Victor Hugo Torso pelo apoio, companheirismo e amizade sempre.

A família da minha namorada **Juliana Bataggliia Guarda, Deusdedit Jesus Guarda, Sandra Maria Bataggliia Guarda e André Bataggliia Guarda** por todo o suporte e carinho ao longo desse último ano de doutorado.

A família do meu grande amigo **Maurício Bottene Guarda, Francisco, Silvia, Natália Funari Gomes, Guilherme Bottene Guarda, Gabriela e João Pedro** por toda amizade e carinho.

A todos que indiretamente contribuíram para que esse trabalho fosse concluído.

Resumo

O objetivo no estudo foi avaliar a resistência de união e a nanoinfiltração após 24 horas e 1 ano de armazenamento, além do grau de conversão e capacidade de infiltração na dentina de três sistemas adesivos comerciais (convencional, autocondicionante e universal) aplicados sob duas intensidades de corrente elétrica. Dentes molares humanos foram restaurados de acordo com o sistema adesivo (Adper Single Bond 2- SB2, 3M ESPE; Clearfil SE Bond- CSE, Kuraray; e Single Bond Universal- SBU, 3M ESPE) e com a intensidade de aplicação da corrente elétrica (0 μ A, 25 μ A ou 50 μ A). Os blocos de resina composta (Filtek Z250) foram construídos em incrementos de até 2 mm e em seguida os dentes restaurados foram seccionados em palitos de 1x1 mm. As amostras foram armazenadas por 24 horas ou 1 ano para o teste de resistência de união à microtração (MPa) (n=10). Os padrões de fratura foram classificados em adesivo, coesivo em dentina/resina ou misto. Foram selecionados 20 palitos de cada grupo (10 amostras - 24 horas e 10 amostras - 1 ano) para serem imersos em solução de nitrato de prata amoniacal e observadas em microscopia eletrônica de varredura. A quantificação de nitrato de prata na camada híbrida foi realizada somente nas amostras armazenadas por 1 ano por meio do *software* ImageJ. A penetração dos sistemas adesivos na dentina foi analisada em microscopia confocal de varredura à laser (Leica SP5, Leica Microsystems) (n=1). Por fim, o grau de conversão foi obtido por espectroscopia no infravermelho próximo por transformada de Fourier (n=5). Os dados de resistência de união e % de nanoinfiltração foram submetidos à análise de variância (2-way ANOVA) sendo as médias analisadas pelo teste de Bonferroni ($\alpha=0,05$). Já os dados de grau de conversão foram submetidos à análise de variância (1-way ANOVA), seguido por Tukey ($\alpha=0,05$). Observou-se que após 24 horas de armazenamento a corrente elétrica aumentou estatisticamente a RU nos sistemas adesivos SB2 e CSE e, após 1 ano de armazenamento, para os 3 sistemas adesivos testados. Para os sistemas adesivos CSE e SBU não houve diferença estatística significativa entre as amostras armazenadas por 24 horas e 1 ano quando a corrente elétrica foi aplicada. Todas as amostras armazenadas por 1 ano apresentaram maior nanoinfiltração na interface adesiva. A aplicação dos sistemas adesivos sob corrente elétrica reduziu

estatisticamente o percentual de nanoinfiltração das amostras armazenadas por 1 ano. Entre os sistemas adesivos, o SB2 apresentou maior percentual de nanoinfiltração, independentemente da intensidade da corrente elétrica usada. A aplicação de corrente elétrica aumentou a capacidade de penetração dos sistemas adesivos SB2 e CSE. O grau de conversão aumentou estatisticamente nos adesivos SB2 e SBU quando foram submetidos à corrente elétrica. Pode-se concluir que a aplicação de sistemas adesivos assistidos por corrente elétrica foi benéfica para a interface adesiva. A intensidade de 25 μ A já foi suficiente para melhorar as propriedades dos sistemas adesivos.

Palavras-chave: Adesivos dentinários, Materiais Dentários, Resistência à Tração, Infiltração Dentária.

Abstract

The aim in the present study was to evaluate the bond strength and nanoleakage after 24 hours and 1 year of storage, as well as the degree of conversion and dentin infiltration capacity of three commercial adhesive systems (conventional, self-etching and universal) submitted to two electric current intensities. Human molar teeth were restored according to the adhesive system (Adper Single Bond 2- SB2, 3M ESPE; Clearfil SE Bond- CSE, Kuraray; and Single Bond Universal- SBU, 3M ESPE) and the intensity of application of the electric current. (0 μ A, 25 μ A or 50 μ A). The composite resin blocks (Filtek Z250) were built up in increments of up to 2 mm and then the restored teeth were sectioned into 1x1 mm beams. Samples were stored for 24 hours or 1 year before the microtensile bond strength (MPa) test (n=10). Fracture patterns were classified into adhesive, dentin / resin cohesive or mixed. Twenty samples from each group (10 samples - after 24 hours and 10 samples - after 1 year of storage) were selected to be immersed in ammonia silver nitrate solutions and observed by scanning electron microscopy. Silver nitrate quantification in the hybrid layer was performed only on samples stored for 1 year using the ImageJ software. The penetration of the adhesive systems into dentin was analyzed by confocal laser scanning microscopy (Leica SP5, Leica Microsystems) (n=1). The degree of conversion was obtained by near infrared spectroscopy by Fourier transform (n=5). The bond strength and nanoleakage % datas were submitted to 2-way ANOVA and the means were analyzed by Bonferroni test ($\alpha=0.05$). The degree of conversion data were submitted to 1-way ANOVA and the means were analyzed by Tukey test ($\alpha=0.05$). After 24 hours of storage, the electric current statistically increased the μ TBS for SB2 and CSE and, after 1 year of storage, for the 3 adhesive systems tested. For the adhesive systems CSE and SBU there was no statistically significant difference between the samples stored for 24 hours and 1 year when the electric current was applied. All samples stored for 1 year presented higher amount of nanoleakage in the adhesive interface. The application of adhesives with electric current statistically reduced the percentage of nanoleakage of samples stored for 1 year. Among the adhesive systems, SB2 presented the highest percentage of nanoleakage, regardless of the electric current used. The

application of electric current increased the penetration capacity of SB2 and CSE adhesive systems. The degree of conversion increased statistically in the SB2 and SBU adhesives when they were subjected to electric current. It can be concluded that the application of electric assisted adhesive systems is beneficial for the adhesive interface. The 25 μ A intensity is already sufficient to improve the properties of adhesive systems.

Key-words: Dentin-Bonding Agents, Dental Materials, Tensile Strength, Dental Leakage

Sumário

1 INTRODUÇÃO	14
2 ARTIGO: Efeito na resistência de união, nanoinfiltração, grau de conversão e capacidade de infiltração de sistemas adesivos comerciais aplicados com diferentes intensidades de corrente elétrica	19
3 CONCLUSÃO	44
REFERÊNCIAS	45
APÊNDICE 1	49
ANEXOS	54
ANEXO 1 – Submissão do artigo ao periódico	54
ANEXO 2 – Verificação de originalidade e prevenção de plágio	55

1 INTRODUÇÃO

Os compósitos resinosos têm sido os materiais restauradores de primeira escolha na Odontologia estética desde a década de 1970, pelas excelentes propriedades estéticas e resistência mecânica (Liu Y et al., 2011). Outra característica vantajosa dos compósitos é a capacidade de se unir ao esmalte e à dentina empregando sistemas adesivos (Buonocore MG et al., 20013 e Pashley DH et al., 1993). Essa união ocorre por meio de retenções micromecânicas criadas por agentes condicionantes e/ou interações químicas entre monômeros resinosos e íons de cálcio presentes na hidroxiapatita (Yoshida Y et al., 2012a e Yoshida Y et al., 2012b). Dessa forma, a remoção do tecido cariado e o preparo das cavidades são procedimentos realizados da maneira mais conservadora possível, evitando o desgaste excessivo do substrato dental sadio.

O modo de atuação de adesivos com o substrato dental determina a classificação desses materiais em sistemas convencionais (técnica úmida) e autocondicionantes. Sistemas adesivos que podem ser utilizados em ambos os modos foram desenvolvidos mais recentemente e são conhecidos como universais (De Munk J et al., 2005 e Muñoz MA et al., 2013). A técnica convencional (úmida) preconiza a aplicação do ácido fosfórico a 35-37% no esmalte e dentina para a criação de microporosidades. Posteriormente, as microporosidades são preenchidas sequencialmente pelas aplicações do *primer* e do adesivo (Nakabayashi N et al., 1982 e Pashley DH et al., 2012). Nesse caso, o *primer* e o adesivo podem estar associados no mesmo frasco ou em frascos separados.

A técnica autocondicionante foi introduzida no final dos anos 90. Os sistemas adesivos autocondicionantes dispensam o condicionamento prévio do substrato dental com ácido fosfórico. A técnica é possível pela presença de monômeros acídicos na composição, os quais são capazes de condicionar e infiltrar simultaneamente tanto no esmalte quanto na dentina. Por isso, é considerada uma técnica simples e mais rápida, proporcionando menor possibilidade de erros técnicos durante o procedimento (Van Meerbeek B et al., 2011). No entanto, qualquer que seja a técnica utilizada, a qualidade da união depende também da formação estrutural da camada híbrida, composta pela rede de fibras de colágeno

desmineralizada e infiltrada pelos monômeros resinosos dos sistemas adesivos (Nakabayashi N et al., 1992).

O principal objetivo dos procedimentos adesivos é que a camada híbrida formada pelos substratos dental e adesivo seja considerada estável e contribua para aumentar a resistência da união entre material restaurador e dentina (Tjäderhane L et al., 2015). Para que isso ocorra é fundamental que o sistema adesivo tenha maior capacidade de penetração na dentina condicionada, recobrando a rede de colágeno desmineralizada (Van Meerbeek B et al., 2003). No entanto, mesmo com a evolução dos sistemas adesivos nesse sentido, a camada híbrida formada ainda apresenta falhas devido à incompleta infiltração dos monômeros resinosos, resultando em consequências clínicas negativas, tais como infiltração e descoloração marginais (Breschi L et al., 2018 e Maravic T et al., 2017).

Na técnica convencional, tem sido alegado que a desmineralização da dentina pelo ácido fosfórico atinge a profundidade de 5 a 10 μm . Toda essa rede de colágeno que fica exposta deveria ser recoberta e protegida após a aplicação do *primer* e do adesivo. No entanto, muitas vezes o sistema adesivo não consegue infiltrar-se completamente, resultando numa camada adesiva onde fibras colágenas ficam parcialmente expostas em meio ácido e úmido (Pashley DH et al., 2011). Este fato pode contribuir para a ação das enzimas metaloproteinases (MMPs), resultando na degradação das fibras colágenas descobertas e não infiltradas pelos monômeros do sistema adesivo, podendo levar ao insucesso da interface adesiva.

Na composição de ambos os adesivos autocondicionante e universal há grande quantidade de monômeros acídicos altamente hidrófilos associados com diluentes e solventes orgânicos (água, etanol ou acetona). A presença desses monômeros é fundamental para que o condicionamento e a infiltração do adesivo na dentina úmida e desmineralizada ocorram simultaneamente. No entanto, os monômeros hidrófilos promovem maior sorção de água, podendo causar maior nível de degradação hidrolítica da interface adesiva ao longo do tempo. Essa degradação hidrolítica é capaz de quebrar as ligações covalentes entre os polímeros, resultando em falha adesiva da restauração (Breschi L et al., 2008).

Outro fator importante influenciando as propriedades físicas e químicas dos sistemas adesivos é o nível de conversão do monômero em polímero. A incompleta infiltração e conversão parcial dos monômeros adesivos associados com a hidrólise das fibrilas colágenas é uma das causas de ocorrência de falhas nanométricas na camada híbrida que conduzem ao processo denominado nanoinfiltração (Sano H et al., 1995). A nanoinfiltração pode reduzir os valores de resistência da união imediata e em longo prazo da interface adesiva formada pelo compósito restaurador e o substrato dentário (Ito S et al., 2005).

Muitas pesquisas vêm sendo realizadas com o objetivo de amenizar ou mesmo superar essas limitações dos sistemas adesivos. Novos protocolos foram avaliados, tais como: condicionamento ácido adicional (Kim Y et al., 2017); múltiplas camadas de sistema adesivo (Fujiwara S et al., 2018 e Zecin-Deren A et al., 2019); irradiação do substrato dentário com laser (Karadas M et al., 2017); aplicação de agentes químicos na dentina, como o ácido etileno-diamino tetra-acético (EDTA) (Kong K et al., 2017), clorexidina (Costa CAG et al., 2019) e metacrilatos de amônio quaternário (Daood D et al., 2017); aplicação de sistema adesivo em dentina saturada por etanol (Souza MY et al., 2019); adição de metacrilamidas na composição dos adesivos (Rodrigues SB et al., 2015); e maior tempo de fotoativação do sistema adesivo (Pereira SG et al., 2010). Vários desses métodos foram considerados eficientes em termos do aumento ou manutenção da resistência da união com a dentina. Entretanto, a maioria desses métodos acrescenta maior número de etapas clínicas no protocolo de aplicação, tornando o processo mais demorado, complexo e susceptível a maior número de falhas.

A corrente elétrica é bastante utilizada na endodontia por meio dos localizadores apicais e do teste de vitalidade pulpar elétrico. Além disso, também pode ser utilizada para detecção de cáries em esmalte. Quando o esmalte se encontra desmineralizado e poroso, há redução da sua resistência elétrica e aumento da condutividade elétrica. O aparelho tem a sensibilidade de perceber essa alteração e detectar a presença de esmalte desmineralizado. Já na parte da odontologia adesiva, um dispositivo para aplicação do sistema adesivo sob efeito da corrente elétrica denominado Electrobond (Pasquantonio G et al., 2003) foi desenvolvido com o objetivo de introduzir um método eficiente e que não aumentasse o número de passos clínicos no momento da restauração. O princípio

de funcionamento do Electrobond é a iontoforese, onde por meio de um fluxo de elétrons a corrente elétrica propulsiona os monômeros polares dos sistemas adesivos para o interior da superfície dentária desmineralizada (Toledano M et al., 2011 e Toledano M et al., 2007). Fatores como a intensidade de corrente elétrica, pH da superfície, tamanho molecular dos monômeros e polaridade das moléculas podem influenciar nesse fenômeno de iontoforese (Krizaj D et al., 2004). Alguns estudos mostraram que a aplicação dos sistemas adesivos com corrente elétrica aumentava a resistência da união imediata e reduzia o ângulo de contato entre o adesivo hidrófobo e a dentina (Toledano M et al., 2011, Breschi M et al., 2012 e Mazzoni A et al, 2009).

No entanto, poucos estudos na literatura verificaram os parâmetros de aplicação do Electrobond e os que fizeram mostram resultados divergentes, principalmente sobre metodologia de aplicação, tipo de sistema adesivo, intensidade da corrente elétrica e se a corrente é distribuída uniformemente pelo dente (Maciel CM et al., 2019). Com base nessas considerações, seria interessante que o aparelho fosse capaz de padronizar a amperagem aplicada com base na leitura prévia da resistência elétrica do dente. Assim, seria necessário padronizar as correntes com o intuito de preencher algumas lacunas mostradas na literatura, como por exemplo, comparar o efeito da corrente elétrica na resistência da união de sistemas adesivos convencionais, autocondicionantes e universais. Além disso, qual seria o comportamento mecânico da interface adesiva de amostras envelhecidas por um longo período de tempo e se a aplicação dos sistemas adesivos com corrente elétrica causaria influência na conversão de monômeros em polímeros.

Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a influência da aplicação de três sistemas adesivos comerciais (convencional, autocondicionante ou universal) sob efeito de duas intensidades de corrente elétrica padronizadas (25 μ A e 50 μ A), sobre a interface adesiva após 24 horas e 1 ano de armazenamento. As hipóteses estudadas foram: 1- Os três sistemas adesivos apresentariam maior resistência de união quando aplicados com a corrente elétrica, qualquer que fosse a intensidade da corrente e o tempo de armazenamento; 2- A interface adesiva apresentaria menor nível de nanoinfiltração quando os sistemas adesivos fossem aplicados com corrente elétrica, qualquer que fosse a intensidade da corrente, 3- Os sistemas adesivos mostrariam maior capacidade de penetração na dentina quando

fossem aplicados com corrente elétrica; e 4- A aplicação de corrente elétrica poderia influenciar a capacidade dos monômeros se converterem em polímeros.

2 Artigo: Efeito na resistência de união, nanoinfiltração, grau de conversão e capacidade de infiltração de sistemas adesivos comerciais aplicados com diferentes intensidades de corrente elétrica

Abstract

O objetivo do presente estudo foi avaliar a influência da corrente elétrica na aplicação de três sistemas adesivos comerciais. Os dentes molares foram restaurados de acordo com o sistema adesivo (Adper Single Bond 2 - SB2, Clearfil SE Bond - CSE e Single Bond Universal - SBU) e a intensidade de aplicação da corrente elétrica (0 μ A, 25 μ A ou 50 μ A). Os blocos de resina composta foram construídos em incrementos e seccionados em palitos de 1x1mm. As amostras foram armazenadas por 24 horas ou 1 ano antes do teste de RU (MPa). Vinte amostras de cada grupo (10 amostras - após 24 horas e 10 amostras - após 1 ano de armazenamento) foram selecionadas para serem imersas em soluções de nitrato de prata e observadas por microscopia eletrônica de varredura. A quantificação do nitrato de prata na camada híbrida foi realizada apenas em amostras armazenadas por 1 ano usando o software ImageJ. A capacidade de penetração dos sistemas adesivos na dentina foi analisada por microscopia confocal de varredura a laser. O grau de conversão foi obtido por espectroscopia no infravermelho próximo por transformada de Fourier. Os dados de RU foram submetidos à ANOVA dois fatores (tempo x corrente elétrica) e ao teste de Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Os dados quantitativos de nanoinfiltração foram submetidos à ANOVA dois fatores (corrente elétrica x adesivo) e ao teste de Bonferroni ($\alpha = 0,05$). Os dados de GC foram submetidos ao teste ANOVA um fator e Tukey ($\alpha = 0,05$). Após 24 horas de armazenamento, a corrente elétrica aumentou estatisticamente a RU para SB2 e CSE e, após 1 ano de armazenamento, para os 3 sistemas adesivos testados. Não houve diferença significativa entre os períodos de armazenamento para CSE e SBU. A aplicação auxiliada por corrente elétrica também foi capaz de reduzir o % de nanoinfiltração após 1 ano de armazenamento. O sistema adesivo SB2 apresentou o maior % de nanoinfiltração. A aplicação da corrente melhorou a capacidade de penetração dos sistemas adesivos SB2 e CSE. A aplicação de sistemas adesivos assistidos por eletricidade foi benéfica para a interface adesiva.

1. Introdução

A penetração do sistema adesivo na superfície da dentina desmineralizada, formando uma camada ácido-resistente de dentina e resina é denominada camada híbrida (1). Os sistemas adesivos convencionais, autocondicionantes e universais podem ser usados para unir o compósito resinoso à dentina. Independentemente da técnica de aplicação, a qualidade da camada híbrida pode ser questionada. No caso da técnica úmida ou convencional, o ácido fosfórico é capaz de desmineralizar a dentina em uma profundidade de 5 a 10 μm , expondo a matriz de colágeno, que idealmente deveria ser completamente coberta e protegida após a aplicação do primer e do adesivo. No entanto, sabe-se que os sistemas adesivos não conseguem se infiltrar completamente por toda a área da dentina desmineralizada. Dessa forma as fibrilas de colágeno ficam expostas em um ambiente úmido e ácido (2), ativando enzimas metaloproteinases (MMPs), contribuindo para a falha da interface adesiva.

Os adesivos autocondicionantes e universais contêm diferentes monômeros ácidos em sua composição. Tais monômeros são altamente hidrófilos e são misturados com diluentes e solventes orgânicos (água, etanol ou acetona). Esses monômeros são capazes de desmineralizar e infiltrar-se simultaneamente na dentina. No entanto, monômeros hidrófilos possuem alta afinidade com moléculas de água, uma condição que pode causar a degradação por hidrólise do sistema adesivo na interface (3).

Novas técnicas para aplicação de sistemas adesivos têm sido testadas com o intuito de minimizar a degradação hidrolítica. Dentre elas pode-se citar o condicionamento ácido adicional (4), aplicação de múltiplas camadas de sistema adesivo (5,6), irradiação a laser do substrato dental (7), aplicação de agentes químicos na dentina como EDTA (8), clorexidina (9) e metacrilato de amônio quaternário (10), aplicação de adesivo em dentina saturada de álcool (11), adição de metacrilamidas ao invés de metacrilatos na composição monomérica dos adesivos (12) e aumento do tempo de fotoativação do sistema adesivo (13). Diversos métodos são considerados eficazes para preservar ou até mesmo aumentar a resistência de união. No entanto, a maioria aumenta o número de passos clínicos, fazendo com

que aumente o tempo e a dificuldade para a realização do procedimento restaurador.

Vários estudos mostram que a aplicação de sistemas adesivos convencionais e autocondicionantes com um aparelho condutor de corrente elétrica resulta em maior penetração do material resinoso na dentina sem aumentar o número de passos clínicos (14-15). Isso ocorre através de um processo denominado iontoforese. Esse fenômeno pode ser afetado pelo pH da superfície, peso molecular dos monômeros, intensidade da corrente elétrica aplicada e polaridades das moléculas (16). No entanto, não há um consenso de qual intensidade de corrente elétrica seria ideal para aplicação de que a corrente elétrica seria distribuída igualmente por toda a superfície do substrato dental.

A literatura não mostra estudos voltados para um dispositivo elétrico que permita ao operador controlar e calibrar sua amperagem durante a leitura da resistência elétrica do dente. Esse dispositivo seria de grande relevância porque a resistência elétrica varia; calibrar a amperagem de acordo com a resistência elétrica do dente pode favorecer a infiltração e a resistência de união dos sistemas adesivos convencionais, autocondicionantes e universais. Além disso, o desempenho em longo prazo dos sistemas adesivos aplicados sob corrente elétrica e sua influência na conversão de monômeros em polímeros são desconhecidos.

Diante do exposto, o objetivo do presente estudo foi avaliar a influência da aplicação de três sistemas adesivos comerciais (convencional, autocondicionante ou universal) sob efeito de duas intensidades de corrente elétrica padronizadas (25 μ A e 50 μ A), sobre a interface adesiva após 24 horas e 1 ano de armazenamento. As hipóteses estudadas foram: 1- Os três sistemas adesivos apresentariam maior resistência de união quando aplicados com a corrente elétrica, qualquer que fosse a intensidade da corrente e o tempo de armazenamento; 2- A interface adesiva apresentaria menor nível de nanoinfiltração quando os sistemas adesivos fossem aplicados com corrente elétrica, qualquer que fosse a intensidade da corrente, 3- Os sistemas adesivos mostrariam maior capacidade de penetração na dentina quando fossem aplicados com corrente elétrica; e 4- A aplicação de corrente elétrica poderia influenciar a capacidade dos monômeros se converterem em polímeros.

2. Material e métodos

2.1) Desenho experimental

A amostra do estudo incluiu 99 dentes molares e três sistemas adesivos. Para cada sistema adesivo (SB2, CSE e SBU), foram utilizados 33 dentes, sendo 11 restaurados sob 25 μ A, 11 sob 50 μ A e 11 sem corrente elétrica (controle). Dos 11 dentes de cada grupo, 10 foram testados quanto à resistência adesiva e 1 à capacidade de infiltração adesiva.

O teste de nanoinfiltração envolveu dois palitos de cada dente em cada grupo (20 palitos). Dos 20 palitos, 10 foram analisados após 24 horas e 10 após 1 ano de armazenamento.

2.2) Materiais usados e preparação das amostras

O Comitê de Ética em Pesquisa local aprovou o estudo (protocolo 21820719.0.0000.5418).

Noventa e nove terceiros molares humanos saudáveis, com formação completa das raízes, foram limpos com curetas periodontais e congelados por até seis meses antes de serem testados. Os dentes foram cortados transversalmente 1,5 mm abaixo e 4 mm acima da junção cimento-esmalte, expondo a dentina média na superfície superior. Os cortes foram feitos com disco de diamante de 0,3 mm de espessura (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), acoplado a um cortador metalográfico (Isomet 1000, Buehler, EUA), na velocidade de 300 rpm e sob irrigação constante com água destilada. Para obter uma camada de esfregaço padronizada, a superfície da dentina foi polida manualmente, em água destilada, usando uma lixa nº 600 (P600, 3M, Sumare, SP, Brasil) por 30 s.

Cada um dos sistemas adesivos comerciais (Tabela 1) testados foi aplicado de acordo com as instruções do fabricante, considerando as intensidades de corrente elétrica: 0 (controle), 25 e 50 μ A. Um instrumental clínico de metal acoplado ao dispositivo de transmissão de corrente elétrica foi utilizado para aplicar os sistemas adesivos em todos os grupos. Para as amostras do grupo controle, o procedimento foi o mesmo; no entanto, o aparelho de transmissão de corrente

elétrica foi desligado. Para simular a umidade da cavidade oral, as amostras foram fixadas em uma esponja úmida. O conjunto de esponjas foi conectado ao aparelho elétrico. O circuito elétrico foi fechado acoplando o polo negativo do dispositivo à peça de esponja úmida e o polo positivo ao dente. O dispositivo possui um componente elétrico capaz de medir simultaneamente a resistência elétrica de cada área do dente e emitir a corrente elétrica padrão apropriada, definida em 25 μA ou 50 μA .

Os sistemas adesivos foram fotoativados por 10 s usando o aparelho Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, Amherst, NY, EUA) com 1200 mW / cm^2 de irradiância. Em seguida, uma restauração em resina composta (Filtek Z250, 3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) foi feita na superfície da dentina pela técnica incremental. Cada incremento foi fotoativado por 20 s usando o Bluephase G2 (Ivoclar Vivadent, EUA) com 1200 mW / cm^2 de irradiância. Em seguida, os dentes restaurados foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 horas.

Após o armazenamento, os dentes restaurados foram fixados com cera pegajosa (Kerr Dental, Joinville, SC, Brasil) em placas de acrílico, acoplado a um cortador metalográfico (Isomet 1000; Buehler, Lake Bluff, IL, EUA) e seccionados sob-resfriamento a água. Os cortes foram realizados nas direções vestibulo linguais e mesiodistal, perpendiculares à interface da união. Assim, amostras em forma de palitos com área de seção transversal de aproximadamente 1 mm^2 foram obtidas por dente. Os palitos foram armazenados em água destilada a 37°C por 24h em frascos de plástico (Eppendorf, São Paulo, SP, Brasil).

Tabela 1: Descrição dos sistemas adesivos utilizados no estudo.

Material	Composição	Modo de aplicação	Lote
Ácido fosfórico 35% (Ultradent, South Jordan, UT, USA) pH = 0,6	Ácido fosfórico	Aplica por 15s e lava pelo mesmo tempo	80172310 025
Adper Single Bond 2 (3M ESPE, St. Paul, MN, USA) pH = 4,7	HEMA, BisGMA, 1,3-glicerol dimetacrilato, UDMA, água, álcool etil, fotoiniciadores, sílica silanizada e copolímero de ácido itacônico.	Condicionamento ácido, lavagem com água, aplicação de adesivo por 30s, jato de ar leve e fotoativação por 10 s.	N882901
Clearfil SE Bond (Kuraray Medical, Okayama, Japan) pH = 2,1	Primer: MDP, HEMA, camforquinona, dimetacrilato hidrofílico, água. Bond: MDP, Bis-GMA, HEMA, canforquinona, dimetacrilato hidrofóbico, ligação de N, N-dietanol-ptoluidina, sílica coloidal.	Aplique o primer por 20 s. Secar com jato de ar. Aplique o bond no dente e crie uma película uniforme com um jato de ar suave. Fotoativação por 10 s.	Primer: 3M0293 Bond: 3G0470
Universal Single Bond (3M ESPE, St. Paul, Minnesota, USA) pH = 2,7	Adesivo: MDP, monômero fosfato, resinas de dimetacrila, HEMA, copolímero de ácido polialquenóico modificado com metacrilato, carga, etanol, água, iniciadores, silano.	Aplique o adesivo com um microbrush e esfregue por 20 s. Seque suavemente com ar por 5 s até que não haja movimento visível do material. Fotoativação por 10 s.	3466301

HEMA - metacrilato de 2-hidroxietilo; BisGMA - bisfenol A glicidil metacrilato; UDMA - dimetacrilato de uretano; 10-MDP - 10-metacriloiloxi-decil-di-hidrogenofosfato; CQ - canforquinona.

2.3) Resistência de união á microtração (RU)

Para esta metodologia, foi usado $n = 10$. Para cada grupo, metade dos palitos foram submetidos à resistência adesiva após 24 horas, e outra metade após armazenamento em água destilada por 1 ano. As amostras foram fixadas com cola à base de cianoacrilato (gel Super Bonder, Loctite) ao dispositivo de microtração, que foi acoplado a uma máquina de teste universal (EZ Test; Shimadzu, Kyoto, Japão). A carga elástica foi aplicada perpendicularmente à interface articular a uma velocidade de 1 mm / min até a fratura. Em seguida, as amostras foram removidas do dispositivo e as dimensões da seção fraturada foram verificadas com paquímetro digital (Starret 727-6 / 150, São Paulo, SP, Brasil). Os valores obtidos em Newton (N) foram convertidos em Mega Pascal (MPa) de acordo com a seguinte fórmula: Valor da carga (N) / área da seção transversal da amostra (mm²).

2.4) Análise do padrão de fratura

Os modos de falha de cada amostra fraturada foram avaliados através de um microscópio óptico (Olympus Corp, Tóquio, Japão) por um único examinador e classificados como adesiva, coesiva em dentina, coesiva em compósito ou mista. Os padrões de fratura mais significativos foram analisados por microscopia eletrônica de varredura. Para análise do tipo de fratura por microscopia eletrônica de varredura (MEV), as duas peças fraturadas das amostras foram fixadas verticalmente em stubs metálicos com as superfícies de fratura expostas. As peças fraturadas foram depois pulverizadas (Desk 11, Denton Vacuum Inc., NJ, EUA) com uma fina camada de ouro sob uma corrente de 40 mA por 120 s e observadas por MEV (JSM 5900 LV, Jeol, Peabody, MA, EUA), com tensão de 15 Kv e ampliação de 80x.

2.5) Microscopia confocal de varredura a laser (CLSM)

Nove dentes humanos saudáveis foram utilizados para análise qualitativa do nível de penetração do sistema adesivo na dentina. Em cada mL de cada sistema adesivo foram incorporados 0,07 µg de rodamina B (Sigma Chemicals, St. Louis, MO, EUA). Os procedimentos adesivos e restaurador foram realizados conforme

descrito anteriormente. Após a confecção dos blocos de resina composta, os conjuntos de blocos de dentes foram armazenados em solução aquosa de fluoresceína a 0,1% em peso (FL: Sigma Chemicals) à temperatura ambiente por 24 h. Após esse período, os conjuntos foram submetidos à limpeza por ultrassom com água por 2 min. Cada conjunto foi seccionado em quatro fatias de 1 mm de espessura em uma máquina de corte (Isomet 1000, Buehler). Após o corte, cada fatia foi polida com lixa de carboneto de silício nº 1200, por 30 s e limpa com ultrassom por 1 min, para remover possíveis resíduos de material de polimento. As fatias foram avaliadas por CLSM (Leica SP5, Leica Microsystems, Heidelberg, Alemanha), utilizando o próprio software de processamento de imagem do microscópio.

2.6) Avaliação da nanoinfiltração

Dois palitos de cada um dos dentes de cada grupo (20 palitos) não foram utilizados no teste de resistência de união à microtração. Esses palitos foram usados para avaliações qualitativas e quantitativas da nanoinfiltração. Metade dos palitos (10 palitos) foram avaliados após 24 horas e a outra metade após armazenamento em água destilada por 1 ano. As amostras foram imersas em solução de nitrato de prata amoniacal a 50% (p / vol) por 24 h. Em seguida, as amostras foram lavadas com água deionizada e imediatamente imersas em solução reveladora (revelador Kodak GBX, Kodak Rochester, NY, EUA) por 8 h em ambiente de luz fluorescente para reduzir os íons prata diamina em grãos de prata metálicos na interface de união. Na sequência, os palitos foram embutidos em resina epóxi, lavados e polidos usando papéis de carboneto de silício # 600, # 1200, # 2000 e pastas diamantadas 6, 3 e 1 μm e limpos por ultrassom por 20 minutos após o uso de cada papel abrasivo e pasta de polimento.

Os espécimes foram pulverizados com carbono (Desk II, Denton Vacuum Inc., NJ, EUA) a 40 mA por 120 s e observados em microscópio eletrônico de varredura a baixo vácuo (JSM 5900 LV, Jeol, Jeol, Peabody, MA, EUA), com 15 Tensão Kv, tamanho WD de 15 mm e 50 nm, operando em modo retroespalhado. Três imagens interfaciais foram obtidas de cada amostra ($n = 10$) para a análise do valor da nanoinfiltração (%). A distribuição percentual de partículas metálicas de

prata na interface adesivo / substrato dentário foi calculada com um software de análise de imagem digital (NIH ImageJ 1.60, Scion, Frederick, MD, EUA) em uma área selecionada em cada imagem a 500x (20 x 250 μm , altura x largura).

2.7) *Grau de conversão (GC)*

O grau de conversão foi obtido por espectroscopia no infravermelho próximo da transformada de Fourier (Vertex 70, Bruker Optics, Billerica, MA, EUA) em espécimes ($n = 5$) de 4 mm de diâmetro e 1 mm de espessura colocados entre duas lâminas de vidro. Para isso, o sistema adesivo foi colocado em um recipiente de metal e agitado por 20 s por um instrumental clínico de metal acoplado ao dispositivo de transmissão de corrente elétrica. A matriz de silicone foi colocada entre duas lâminas de vidro e preenchida com a pipeta usando o sistema adesivo. Um espectro inicial foi obtido para o adesivo não polimerizado e a amostra foi fotoativada por 10 s com uma irradiância incidente de 1200 mW / cm^2 (Bluephase G2). A área da banda de absorbância do metacrilato de vinil, centralizada em 6165 cm^{-1} , foi utilizada para rastrear a conversão $C = C$ da ligação dupla. As medições foram realizadas na faixa de 4000 a 1000 cm^{-1} na resolução do número de onda de 4 cm^{-1} com 16 varreduras por espectro a uma taxa de aquisição de 10 kHz (Opus 7.8 Spectroscopy Software Bruker). O grau de conversão foi calculado seguindo a equação:

$$GC = [1 - (\text{pico da área}) \text{ polimerizado} / (\text{pico da área}) \text{ não polimerizada}] \times 100$$

2.8) *Análise Estatística*

Os dados foram verificados quanto à normalidade usando o teste de Shapiro-Wilk e quanto à homocedasticidade da variância usando o teste de Lavene. As análises estatísticas foram realizadas de acordo com os diferentes delineamentos experimentais com nível de significância de $\alpha = 0,05$. Uma análise de potência foi conduzida para determinar o tamanho da amostra para cada experimento para fornecer uma potência de pelo menos 0,8 no nível de significância de 0,5 ($\beta = 0,2$).

Os dados médios da resistência de união foram analisados estatisticamente por análise de variância (ANOVA) (intensidade da corrente elétrica e tempo de armazenamento) ($\alpha = 0,05$). Múltiplas comparações foram realizadas pelo teste de Bonferroni. Os dados de nanoinfiltração (%) foram analisados estatisticamente com teste ANOVA de dois fatores (sistema adesivo e intensidade da corrente elétrica), com significância estatística definida como $\alpha = 0,05$. Múltiplas comparações foram realizadas pelo teste de Bonferroni. O grau de conversão dos dados foi analisado por ANOVA de 1 fator (intensidade da corrente elétrica), seguida pelo teste de Tukey ($\alpha = 0,05$). Todos os cálculos estatísticos foram realizados no programa SPSS versão 15.0 (Statistical Package for the Social Science, SPSS Inc., Chicago, Illinois, EUA).

3. Resultados

As estatísticas descritivas dos valores de RU estão descritas na Tabela 2. Para os sistemas adesivos SB2 ($p = 0,026$) e CSE ($p = 0,011$), a corrente elétrica promoveu valores de RU mais altos que os grupos controle, independentemente do tempo de armazenamento. A corrente elétrica não aumentou os valores de RU para SBU ($p = 0,354$) após 24 horas. Após armazenamento por 1 ano, a corrente elétrica de 50 μA promoveu valores estatisticamente superiores de RU em relação aos grupos controle ($p = 0,025$). Após 1 ano de armazenamento, os valores de RU para os adesivos CSE e SBU não diferiram estatisticamente dos de 24 horas quando submetidos às duas correntes elétricas. O mesmo não ocorreu no sistema adesivo SB2, já que os valores após 1 ano de armazenamento foram estatisticamente menores em relação aos valores de 24 horas.

Tabela 2: Resistência de união à microtração (média $\pm$ desvio padrão, MPa) em 24 horas e 1 ano para sistemas adesivos aplicados com dispositivo de corrente elétrica (0 μ A; 25 μ A; 50 μ A).

		Controle	25 μ A	50 μ A
SB2	24 h	40,74 (5,3) Ab	54,54 (9,2) Aa	51,73 (10,4) Aa
	1 ano	32,43 (4,5) Bb	46,17 (5,0) Ba	43,38 (9,3) Ba
CSE	24 h	37,66 (7,5) Ab	45,53 (9,0) Aa	47,32 (8,5) Aa
	1 ano	28,15 (4,9) Bb	39,91 (7,9) Aa	42,39 (10,7) Aa
SBU	24 h	36,5 (7,3) Aa	32,94 (10,0) Aa	40,24 (10,9) Aa
	1 ano	27,63 (6,0) Bb	30,13 (6,8) Aab	36,42 (6,8) Aa

Letras maiúsculas indicam diferença significativa entre os tempos de armazenamento; letras minúsculas indicam diferenças significativas entre a corrente elétrica ($p < 0,05$).

As figuras 1 e 2 mostram a frequência dos locais de falha observados nas amostras submetidas ao teste de resistência de união por microtração após 24 h e 1 ano de armazenamento, respectivamente. O padrão misto foi o mais frequente e a falha coesiva em dentina foi a menos frequente em todos os grupos. Micrografias representativas dos padrões de fratura são mostradas na Figura 3.

Figura 1. Distribuição do modo de falha (%) das amostras em cada grupo experimental após 24 h de armazenamento em água.

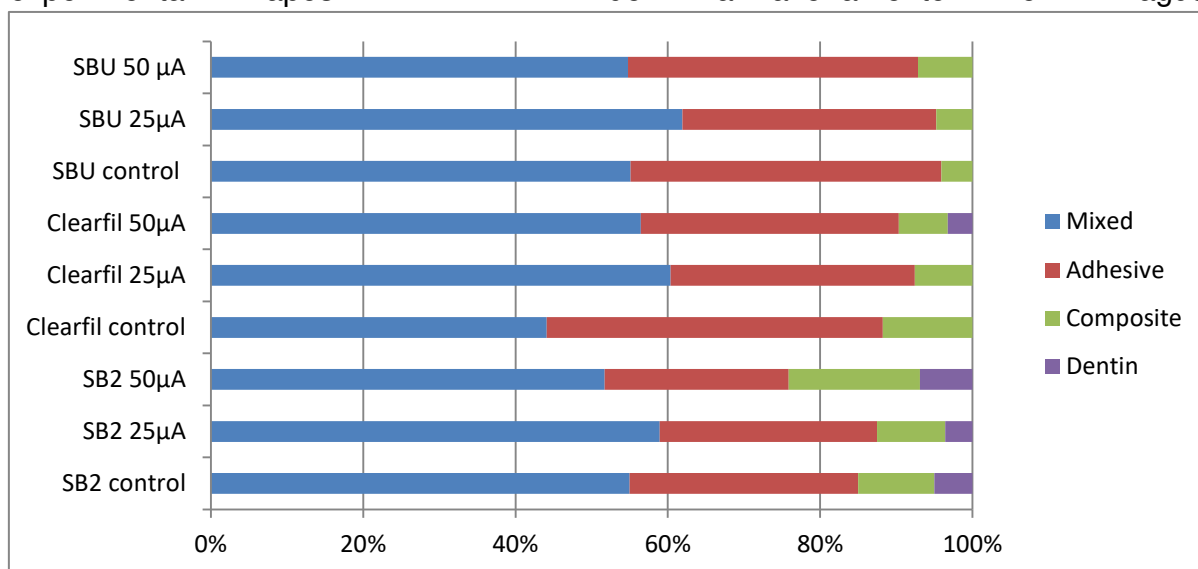


Figura 2. Distribuição do modo de falha (%) das amostras em cada grupo experimental após 1 ano de armazenamento em água.

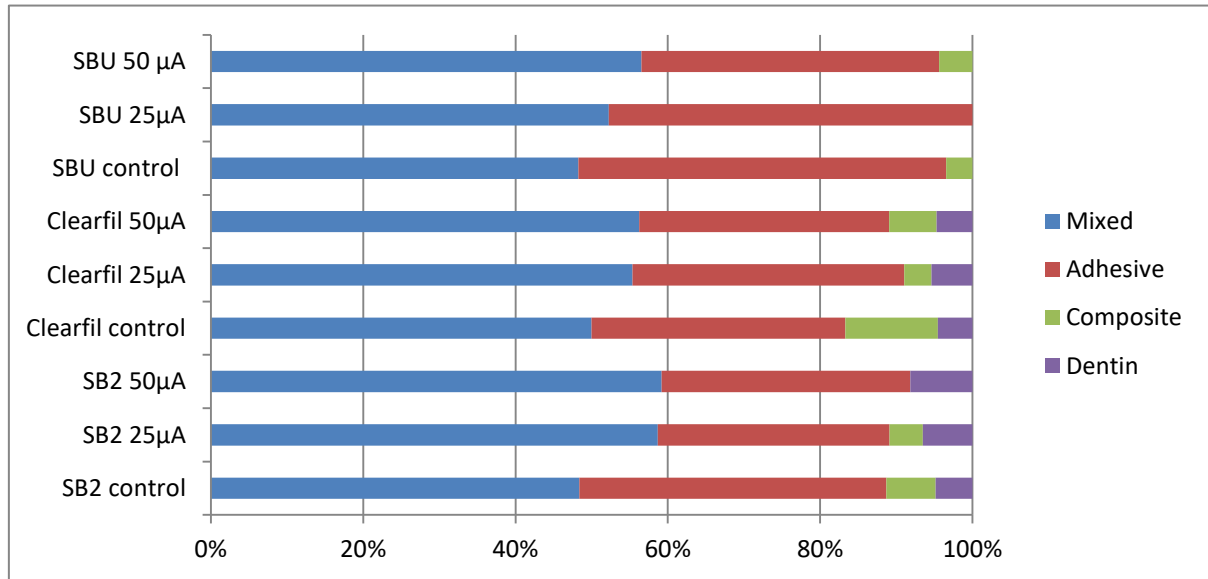
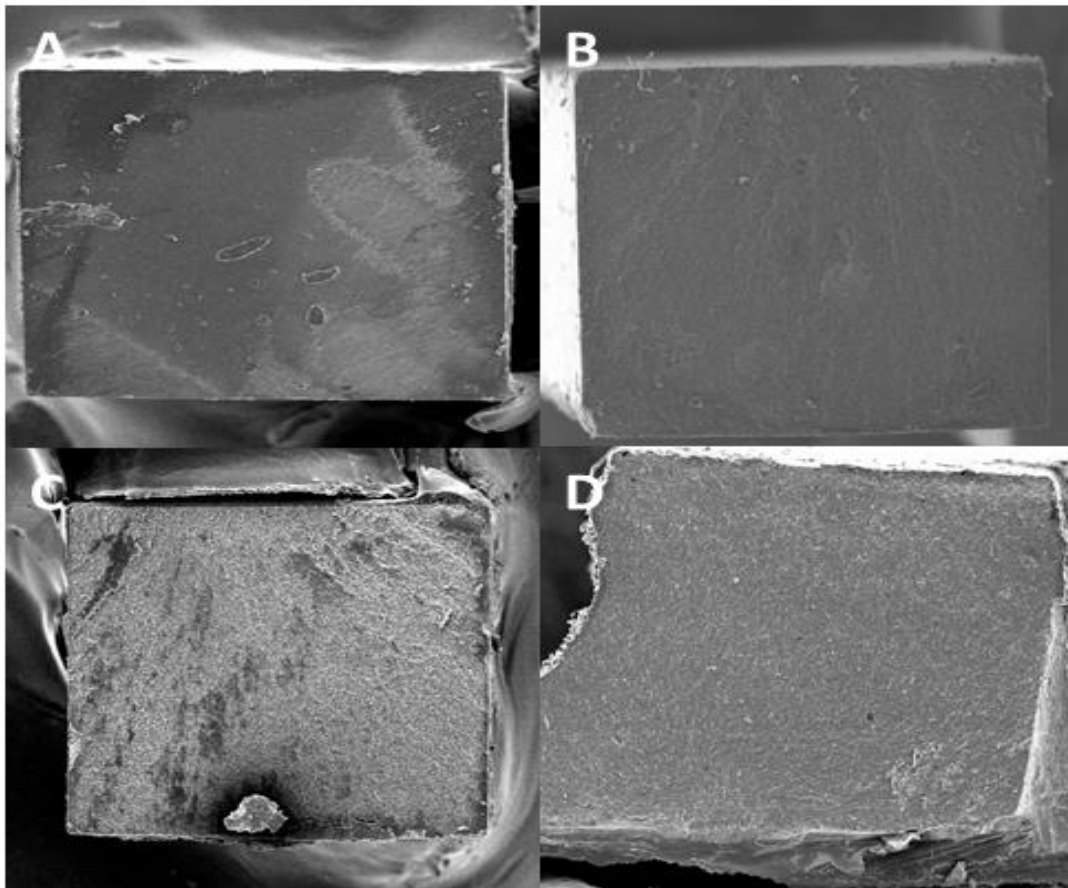


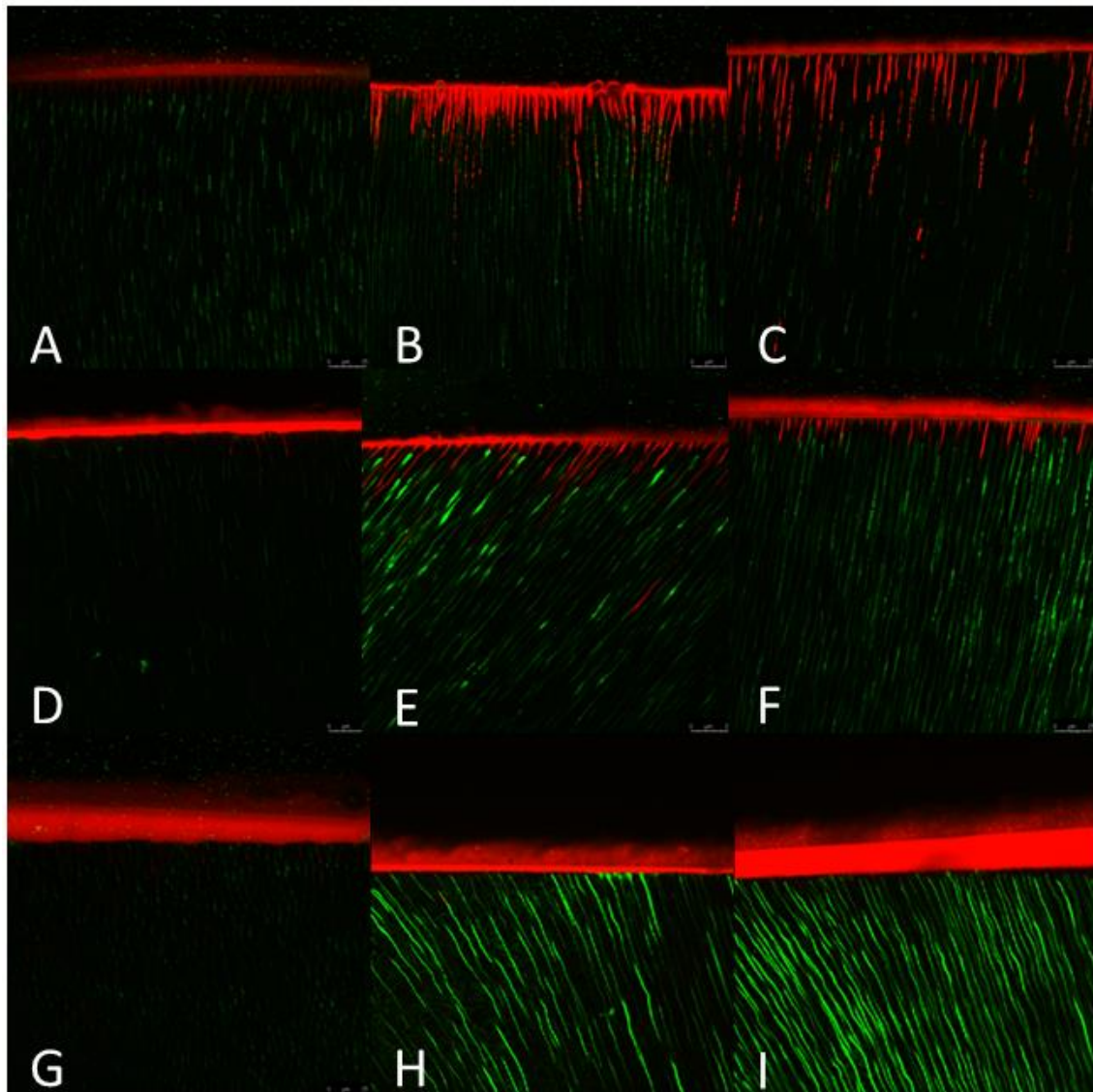
Fig 3: MEV (80x) mostrando padrões de fraturas representativos na dentina.



As imagens são ordenadas da seguinte forma: (A) falha mista em resina composta, adesivo e dentina; (B) falha adesiva; (C) falha coesiva na dentina e (D) falha coesiva na resina composta.

A capacidade dos sistemas adesivos de se infiltrarem pela dentina e formarem tags resinosos são mostrados na Figura 4. Corante de rodamina B adicionado aos sistemas adesivos (em vermelho): Observa-se que a corrente elétrica promoveu maior profundidade de infiltração e formação de tags de resina. Isso ocorreu para os sistemas adesivos SB2 e CSE (Fig. 4B; 4C; 4E e 4F). O adesivo SBU não teve sua capacidade de infiltração aumentada, independentemente da aplicação de corrente elétrica (Fig. 4G; 4H e 4I).

Figura 4. Imagens qualitativas no CLSM para avaliar a penetração e formação de tags resinosos de sistemas adesivos aplicados à dentina com ou sem corrente elétrica.



4A: SB2(0 μ A); 4B: SB2(25 μ A); 4C: SB2(50 μ A); 4D: CSE(0 μ A); 4E: CSE(25 μ A); 4F: CSE(50 μ A); 4G: SBU(0 μ A); 4H: SBU(25 μ A); and 4I: SBU (50 μ A).

A Tabela 3 mostra as médias e os desvios padrão da nanoinfiltração (%) para todos os grupos após armazenamento por um ano. A ANOVA 2-fatores demonstrou que os fatores sistema adesivo ($p = 0,0001$) e intensidade de corrente elétrica ($p = 0,0001$) foram significativos, mas não houve interação entre eles ($p = 0,15972$). O sistema de união SB2 apresentou maior nanoinfiltração (%). Além disso, a aplicação de sistemas adesivos com a técnica de aplicação assistida por eletricidade (25 μ A ou 50 μ A) reduziu significativamente a nanoinfiltração (%).

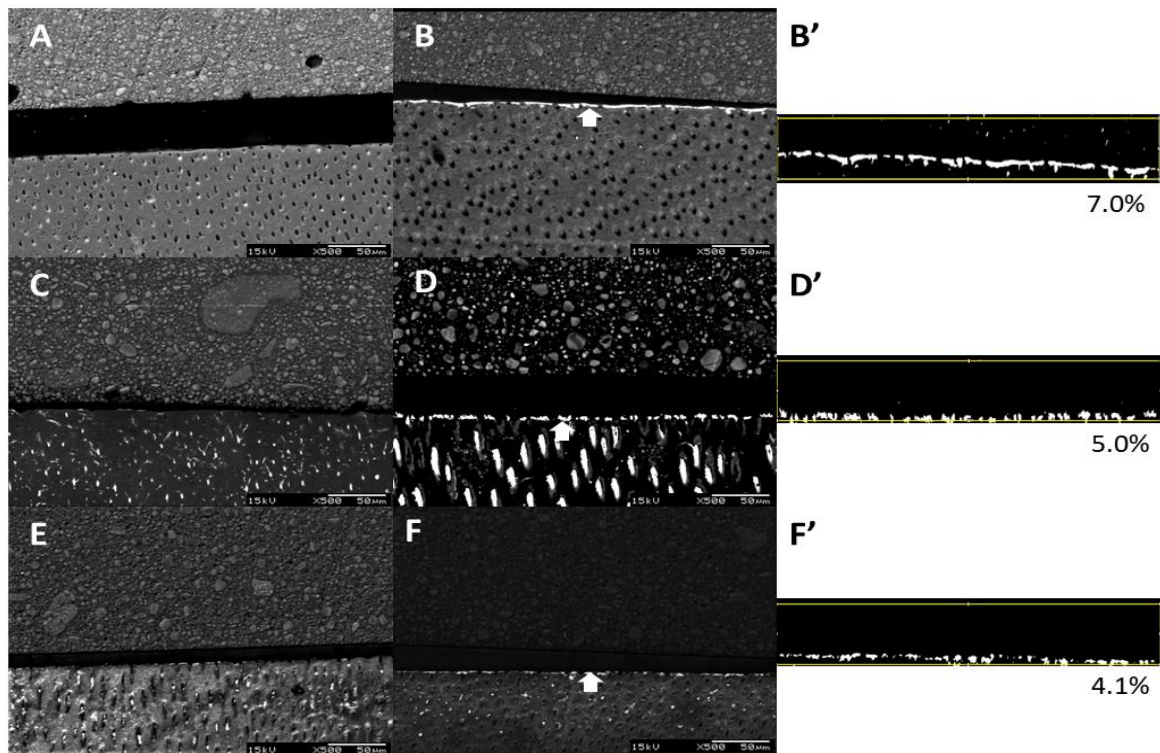
Imagens representativas de amostras expostas a prata após armazenamento de 24 horas e 1 ano são ilustradas nas Figuras 5 (SB2), 6 (CSE) e 7 (SBU). A ausência de nitrato de prata na camada híbrida pode ser observada para todos os grupos após 24 horas de armazenamento. Após 1 ano, todos os grupos apresentaram nitrato de prata na interface; no entanto, a quantidade é menor para os grupos em que os sistemas adesivos foram aplicados com corrente elétrica.

Tabela 3: Nanoinfiltração (%) após 1 ano de armazenamento dos sistemas adesivos aplicados com auxílio do equipamento de corrente elétrica e suas respectivas intensidades (0 μ A, 25 μ A e 50 μ A).

	Controle	25 μ A	50 μ A	Média
SB2	5,38	3,9	3,89	4,39 (2,0) A
CSE	4,04	1,65	1,83	2,51 (2,1) B
SBU	4,19	1,63	2,29	2,71 (2,0) B
Média	4,54 (2,0) a	2,39 (2,0) b	2,67 (2,0) b	

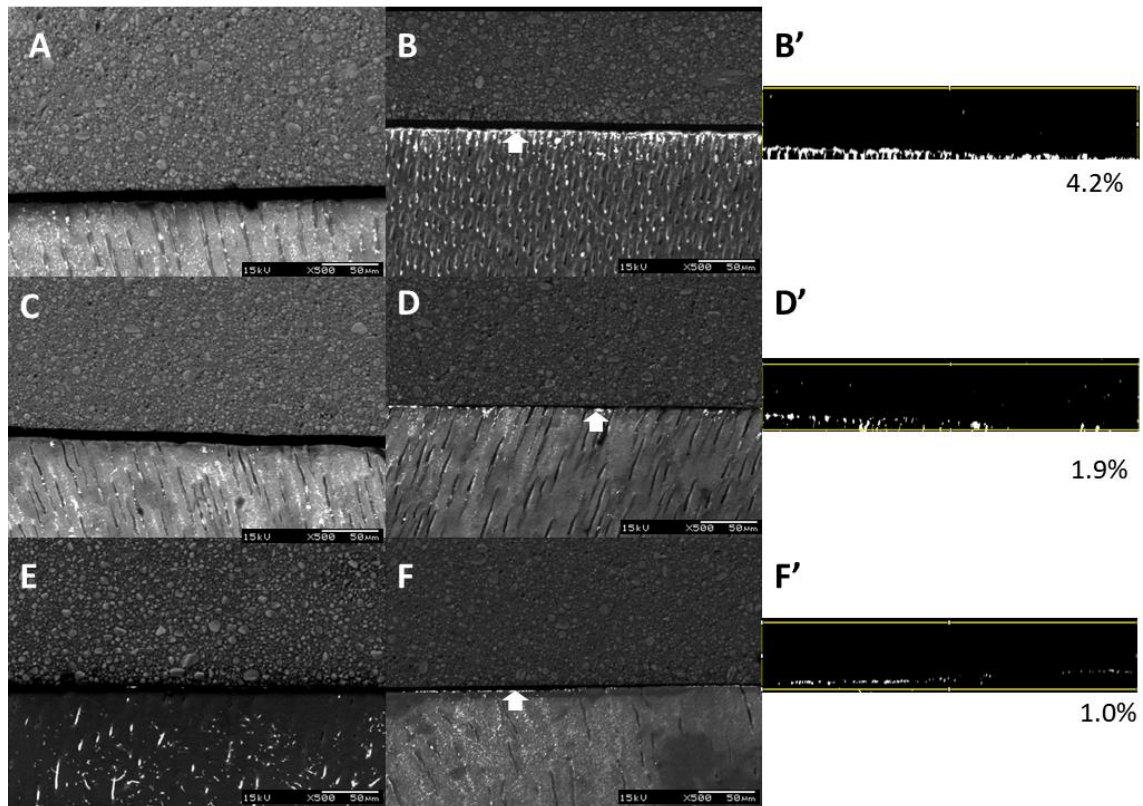
Letras maiúsculas indicam diferenças significativas entre os sistemas adesivos; letras minúsculas indicam diferenças significativas entre as técnicas de aplicação assistida por eletricidade ($p < 0,05$).

Figura 5: Micrografias eletrônicas de varredura representativas de nanoinfiltração por espalhamento reverso para o sistema adesivo SB2 após 24 h e 1 ano de armazenamento.



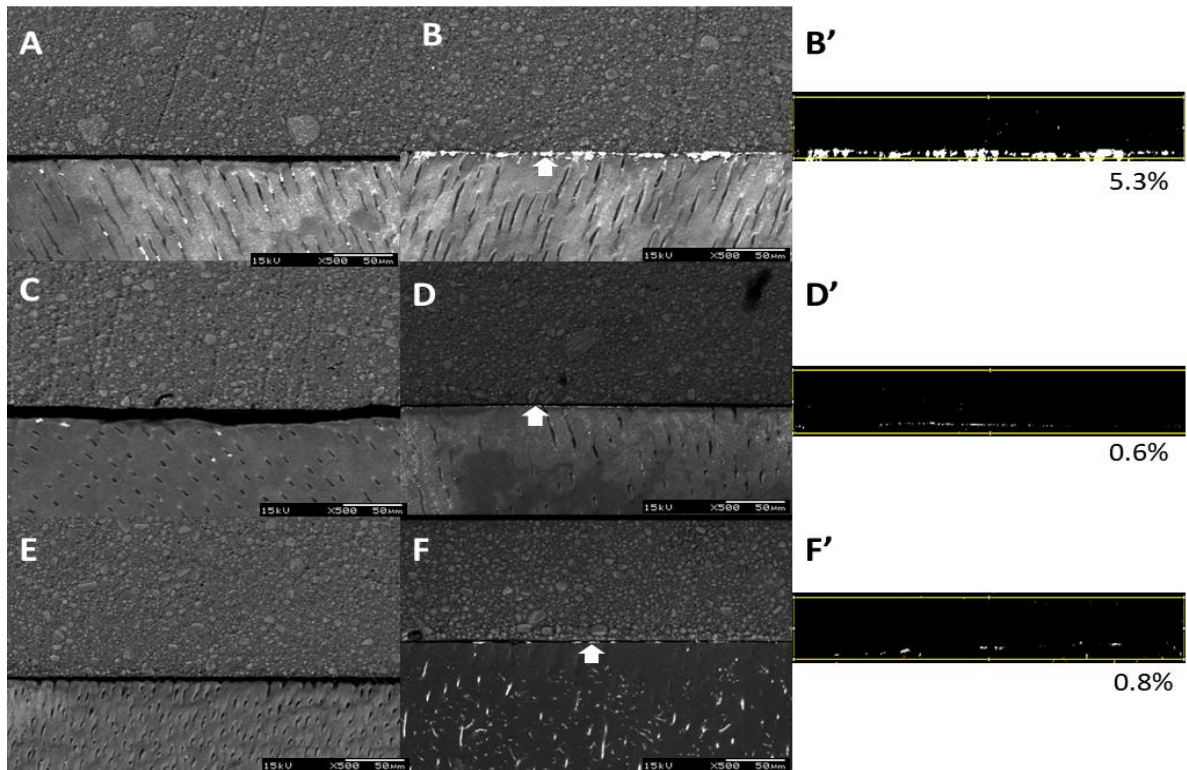
A, C e E: armazenamento de 24 horas. B, D e F: armazenamento de 1 ano. A e B: 0 μA , C e D: 25 μA , E e F: 50 μA . B', D' e F' indicam área selecionada das figuras B, D e F para o cálculo percentual de partículas de nitrato de prata na camada híbrida. Partículas de nitrato de prata na interface (setas brancas).

Figura 6: Micrografias eletrônicas de varredura representativas de nanoinfiltração por espalhamento reverso para o sistema adesivo CSE após 24 h e 1 ano de armazenamento.



A, C e E: armazenamento de 24 horas. B, D e F: armazenamento de 1 ano. A e B: 0 μA , C e D: 25 μA , E e F: 50 μA . B', D' e F' indicam área selecionada das figuras B, D e F para o cálculo percentual de partículas de nitrato de prata na camada híbrida. Partículas de nitrato de prata na interface (setas brancas).

Figura 7: Micrografias eletrônicas de varredura representativas de nanoinfiltração por espalhamento reverso para o sistema adesivo SBU após 24 h e 1 ano de armazenamento.



A, C e E: armazenamento de 24 horas. B, D e F: armazenamento de 1 ano. A e B: 0 μ A, C e D: 25 μ A, E e F: 50 μ A. B', D' e F' indicam área selecionada das figuras B, D e F para o cálculo percentual de partículas de nitrato de prata na camada híbrida. Partículas de nitrato de prata na interface (setas brancas).

As médias e desvios padrão obtidos com o grau de conversão são mostrados na Tabela 4. A aplicação de corrente elétrica aumentou estatisticamente o grau de conversão nos sistemas adesivos SB2 ($p = 0,02$) e SBU ($p = 0,04$). Não houve diferença estatisticamente significativa entre os 25 μ A e 50 μ A. CSE ($p = 0,250$) não mostrou diferença estatisticamente significativa entre os 25 μ A, 50 μ A e controle.

Tabela 4: Valores médios e DP (%) obtidos para o teste de grau de conversão.

	Control	25 μ A	50 μ A
SB2	82.2(1.2) B	86.4(1.5) A	85.2(0.9) A
CSE	79.1(3.3) A	81.7(2.3) A	83.0(1.7) A
SBU	78.0(4.3) B	86.3(2.9) A	86.6(2.7) A

Letras maiúsculas indicam diferença significativa entre as correntes elétricas ($p < 0,05$).

4. Discussão

É importante destacar que, no presente estudo, um dispositivo emissor de corrente personalizado foi usado no lugar do dispositivo ElectroBond. Neste estudo, o dispositivo personalizado usado permite ao operador definir a corrente elétrica que será emitida pelo controlador de corrente e visualizar o valor no visor do multímetro. Ajustando a corrente desejada, o chip no controlador atual mede a resistência elétrica do dente com os eletrodos conectados e calcula sua resistência elétrica. O dispositivo altera automaticamente a intensidade elétrica pela resistência elétrica encontrada, assim a corrente elétrica aplicada através do dente é padronizada e mantém a amperagem selecionada pelo examinador.

O presente estudo mostrou que a aplicação dos sistemas adesivos SB2 e CSE assistidos por corrente elétrica aumentou a resistência de união após 24 horas e 1 ano de armazenamento. O mesmo não aconteceu com o SBU. A aplicação de corrente elétrica neste sistema de união gerou um valor mais alto de resistência após 1 ano de armazenamento. Assim, a primeira hipótese do estudo foi aceita para SB2 e CSE e rejeitada para SBU.

As Figuras 4B, 4C, 4E e 4F mostram que quando os sistemas adesivos SB2 e CSE foram utilizados com correntes elétricas de 25 μ A e 50 μ A, os sistemas adesivos apresentaram maior nível de penetração na dentina. As figuras 4H e 4I mostram que esse resultado não foi semelhante para a SBU. Esse fato pode contribuir para maior retenção micromecânica dos sistemas adesivos SB2 e CSE e, portanto, somente eles apresentaram maiores valores de μ TBS após 24 horas de armazenamento. Após 1 ano de armazenamento, todos os sistemas adesivos

utilizados com a corrente elétrica apresentaram valores de RU aumentados quando comparados ao grupo controle. Em geral, esse fato possivelmente ocorreu devido ao menor nível de nanoinfiltração (Tabela 3), maior grau de conversão nos sistemas SB2 e SBU (Tabela 4) e também ao maior nível de penetração dos adesivos SB2 e CSE quando a corrente elétrica foi utilizada. Finalmente, pode-se observar que a RU após 1 ano de armazenamento foi estatisticamente menor apenas para o adesivo SB2. Um dos fatores que pode ter contribuído para esse resultado foi o maior nível de nanoinfiltração (Tabela 3) em relação aos demais adesivos.

Houve predomínio de falhas mistas em todos os sistemas adesivos para armazenamento de 24 horas e 1 ano, independentemente da aplicação de corrente elétrica (Figuras 1 e 2). No entanto, um aumento mais pronunciado na falha adesiva foi observado após 1 ano de armazenamento para os sistemas adesivos SBU (0 μ A e 25 μ A) e SB2 (0 μ A e 50 μ A). No entanto, apenas para SBU (0 μ A) foram mostrados valores mais baixos de RU.

A segunda hipótese do estudo foi que todos os sistemas adesivos poderiam ter maior capacidade de infiltração na dentina quando a corrente elétrica fosse utilizada, independentemente da intensidade. As imagens do CLSM mostraram que esse fato ocorreu apenas para os sistemas adesivos SB2 (Figuras 4B e C) e CSE (Figuras 4E e F), portanto, a segunda hipótese foi aceita para SB2 e CSE e rejeitada para SBU.

O maior nível de infiltração dos sistemas adesivos quando a corrente elétrica foi aplicada pode ser justificado por alguns fatores: eles incluem um efeito eletrostático direto nos monômeros polares presentes nos adesivos, onde os monômeros polares e o equipamento de corrente elétrica interagem através de um processo chamado iontoforese. O polo negativo do dispositivo carrega negativamente a dentina, enquanto o pólo positivo carrega positivamente o sistema adesivo que contém os monômeros polarizados. Isso fará com que o sistema adesivo carregado positivamente seja repellido. Além disso, há atração entre as moléculas e a dentina. Pode-se afirmar que a repulsão e a atração de cargas favorecem a infiltração do sistema adesivo na dentina (17). Além disso, as fibrilas de colágeno também são polares. O momento dipolar resultante é a soma dos vetores de cada ligação polar da molécula. Quando esse valor é diferente de zero, significa

que a molécula é polar. As fibrilas de colágeno têm um valor de momento dipolar = 3,7 (18), justificando sua polaridade. A partir disso, a corrente elétrica é capaz de alterar transitoriamente as características bioquímicas da dentina, induzindo alterações substanciais na orientação das fibrilas de colágeno através da modificação das ligações de hidrogênio, favorecendo a infiltração adesiva adicional, melhorando sua molhabilidade (15,17).

Ainda existem estudos mostrando que a aplicação de corrente elétrica também pode aumentar a taxa de reposição de água modificando os dipolos de água, favorecendo a troca de água / solvente por monômeros resinosos (18). No entanto, esses fatores não foram suficientes para aumentar o nível de infiltração do sistema adesivo da SBU quando a corrente elétrica foi aplicada. A capacidade de desmineralização da dentina está diretamente relacionada ao pH do sistema adesivo autocondicionante. O pH > 2,5 é considerado ultraleve e possui pouca ou nenhuma capacidade de desmineralização da dentina, formando apenas uma zona de interação (300 nm). Somente com adesivos autocondicionantes fortes são formados tags resinosos na dentina, enquanto dificilmente são formadas com adesivos autocondicionantes leves e ultra-leves (19). A SBU apresenta pH = 2,7 e provavelmente, portanto, não apresentou infiltração monomérica, independentemente do uso de corrente elétrica.

No presente estudo, os palitos foram armazenadas por 1 ano em água destilada a 37 ° C. Para evitar a saturação e acelerar o processo de envelhecimento, a água era trocada semanalmente. A camada híbrida é a estrutura formada nos tecidos dentários por desmineralização da superfície e subsuperfície e subsequente infiltração e polimerização de monômeros (1). Sabe-se que a nanoinfiltração é um fator muito importante para a degradação da interface adesiva (20-21). Pode ser causada principalmente pela infiltração incompleta de resina na dentina desmineralizada (22). A polimerização incompleta de monômeros também é sugerida como uma das razões para a nanoinfiltração em sistemas adesivos (23). Alguns estudos mostram que, de fato, a permeabilidade da camada adesiva aumenta quando existem monômeros não reagidos dentro da camada híbrida (24-25). A consequência disso é a formação de uma estrutura porosa com capacidade de vedação reduzida e propensa a degradação (26).

Neste estudo, o nível de nanoinfiltração (%) foi calculado para todos os grupos somente após 1 ano de armazenamento. Isso ocorreu devido à ausência de partículas de prata nas camadas híbridas para todos os grupos em 24 h (Figuras 5A, C e E; 6A, C e E; 7A, C e E). A Tabela 3 mostra que o sistema adesivo SB2 apresentou um nível de nanoinfiltração estatisticamente superior ao CSE e SBU após 1 ano de armazenamento, independentemente da corrente utilizada. Os adesivos CSE e SBU apresentam o monômero funcional MDP em suas composições e foi relatado que esse monômero interage quimicamente com a hidroxiapatita e forma uma ligação hidroliticamente estável com o cálcio (27). Isso pode ter contribuído para o menor nível de nanoinfiltração desses sistemas adesivos. Além disso, os monômeros resinosos na técnica convencional não são capazes de se infiltrar totalmente na profundidade do colágeno exposto após o condicionamento com ácido fosfórico a 35-37%. Isso possivelmente também contribuiu para o maior nível de nanoinfiltração do SB2.

Os sistemas adesivos, quando aplicados com correntes elétricas de 25 e 50 μ A, apresentaram menor nível de nanoinfiltração que o grupo controle (Tabela 3). Esses resultados podem ter sido influenciados pelo maior grau de conversão e pelo maior nível de penetração dos sistemas adesivos quando a corrente elétrica foi utilizada. Assim, a terceira hipótese em que o uso de sistemas adesivos auxiliados por corrente poderia gerar menor nível de nanoinfiltração na interface adesiva foi aceita.

A propagação do sistema adesivo é obtida pela adição de diluentes resinosos e solventes orgânicos à composição desses materiais. No entanto, eles não são polimerizáveis e atuam como plastificantes de cadeia, reduzindo o grau de conversão de monômeros em polímeros (28). As propriedades mecânicas de um polímero sub-polimerizado são afetadas e podem ter algumas consequências clínicas, como falha de vedação, sensibilidade pós-operatória, nanoinfiltração, descoloração marginal, descoloração marginal, cárie secundária e falha de retenção (29).

De acordo com os resultados mostrados na Tabela 4, a aplicação de correntes elétricas de 25 μ A e 50 μ A aumentou o GC dos adesivos SB2 e SBU. Possivelmente, a aplicação de corrente elétrica causaria efeito semelhante ao da

irradiação com diodo laser e do compósito pré-aquecido. Pode ser que a energia fornecida pelo dispositivo elétrico seja capaz de reduzir a viscosidade, aumentando a mobilidade molecular e radical, facilitando o movimento segmentar da cadeia polimérica e adiando o início da vitrificação para uma fase posterior do processo de polimerização (30-31). Esse efeito no GC não ocorreu no sistema adesivo CSE. Os fabricantes não detalham a composição dos materiais. Pode ser que esse sistema adesivo tenha mais quantidades de monômeros de alto peso molecular (BisGMA e 10-MDP) no bond. Para o teste de GC, apenas o bond do sistema adesivo CSE foi usado, o que poderia tornar esse material mais viscoso em comparação com os outros que possuem monômeros diluídos em um único frasco (SB2 e SBU). Assim, a intensidade da corrente elétrica de 25 μ e 50 μ A não foi capaz de produzir os mesmos efeitos que para os outros sistemas adesivos. Assim, a última hipótese do estudo foi aceita para SB2 e SBU e rejeitada para CSE.

Pode-se observar que a aplicação de sistemas adesivos assistidos por eletricidade é benéfica para restaurações de resina composta, pois elas são capazes de aumentar a resistência de união e reduzir a nanoinfiltração. No entanto, os mecanismos de melhoria dependem do sistema adesivo. Para o SB2, ocorre devido ao aumento da capacidade de penetração do sistema adesivo e ao maior grau de conversão, para o CSE, principalmente devido ao aumento da capacidade de infiltração na dentina e no SBU, principalmente devido ao maior grau de conversão.

5. Conclusão

Conclui-se que a aplicação de sistemas adesivos auxiliados por corrente elétrica (25 μ A e 50 μ A) foi benéfica para a estabilidade a curto e longo prazo da interface adesiva.

6. Referências

1. Nakabayashi N, Nakamura M, Yasuda N. Hybrid Layer as a Dentin-Bonding Mechanism. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 1991; 3 (4): 133-138.
2. Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 2011; 27(1):1-16.
3. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, Dorigo EDS. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater*, 24 (2008), pp. 90-10.
4. Kim Y, Kim S, Jeong T, Son SA, Kim J. Effects of Additional Acid Etching on the Dentin Bond Strengths of One-Step Self-Etch Adhesives Applied to Primary Teeth. *J Esthet Restor Dent* 2017; 29: 110-117.
5. Fujiwara S, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Imai A, Watanabe H, Erickson RL, Latta MA, Nakatsuka T, Miyazaki M. Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. *J Mech Behav Biomed Mater* 2018;77:501-509.
6. Zecin-Deren A, Sokolowski J, Szczesio-Włodarczyk A, Piwonski I, Lukomska-Szymanska M, Lapinska B. Multi-Layer Application of Self-Etch and Universal Adhesives and the Effect on Dentin Bond Strength. *Molecules*. 2019 Jan 18;24(2).
7. Karadas M, Çağlar İ. The effect of Er:YAG laser irradiation on the bond stability of self-etch adhesives at different dentin depths. *Lasers Med Sci* 2017; 32: 967-974.
8. Kong K, Hiraishi N, Nassar M, Otsuki M, Yiu CKY, Tagami J. Effect of phytic acid etchant on resin-dentin bonding: Monomer penetration and stability of dentin collagen. *J Prosthodont Res*. 2017 Jul;61(3):251-258.
9. Costa CAG, Passos VF, Neri JR, Mendonça JS, Santiago SL. Effect of Metalloproteinase Inhibitors on Bond Strength of a Self-etching Adhesive on Erosively Demineralized Dentin. *J Adhes Dent*. 2019;21(4):337-344.

10. Daood D, Yiu CKY, Burrow MF, Niu LN, Tay FR. Effect of a novel quaternary ammonium silane cavity disinfectant on durability of resin-dentine bond. *J Dent* 2017; 60: 77-86.
11. Souza MY, Jurema ALB, Caneppele TMF, Bresciani E. Six-month performance of restorations produced with the ethanol-wet-bonding technique: a randomized trial. *Braz Oral Res.* 2019 Jul 1;33:e052.
12. Rodrigues SB, Collares FM, Leitune VC, Schneider LF, Ogliari FA, Petzhold CL, Samuel SM. Influence of hydroxyethyl acrylamide addition to dental adhesive resin. *Dent Mater.* 2015 Dec;31(12):1579-86.
13. Pereira SG, Fulgêncio R, Nunes TG, Toledano M, Osorio MR, Carvalho RM. Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dental Materials*, 26 (2010), pp. 710-718
14. Mazzoni A, Visintini E, Vita F, Pasquantonio G, Saboia VP, Ruggeri A Jr, Di Lenarda R, Dorigo E, Breschi L. ElectroBond improves immediate dentin microtensile bond strength of two etch-and-rinse adhesives. *J Adhes Dent* 2009; 11:27-33.
15. Pasquantonio G, Tay FR, Mazzoni A, Suppa P, Ruggeri A, Falconi M, et al. Electric device improves bonds simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 2007, 23: 513-518.
16. Krizaj D, Jan J, Valencic V. Modeling AC current conduction through a human tooth. *Bioelectromagnetics* 2004; (25): 3; 185-195
17. Breschi L, Mazzoni A, Pashley DH et al. Electric-current-assisted application of self-etch adhesives to dentin. *J Dent Res* 2006 85: 1092-1096.
18. Toledano M, Mazzoni A, Monticelli F et al. ElectroBond application may improve wetting characteristics of etched dentine. *J Dent* 2011 39: 180-186.
19. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater.* 2011;27(1):17-28.
20. Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, & Pashley DH (1995) Nanoleakage: Leakage within the hybrid layer *Operative Dentistry* 20(1) 18-25.
21. Hariri I, Shimada Y, Sadr A, Ichinose S, & Tagami J (2012) The effects of aging on shear bond strength and nanoleakage expression of an etch-and-rinse adhesive on human enamel and dentin *Journal of Adhesive Dentistry* 14(3) 235-243

22. Pioch T, Staehle HJ, Duschner H, & García-Godoy F (2001) Nanoleakage at the composite-dentin interface: A review. *American Journal of Dentistry* 14(4) 252-258
23. Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L, Mazzoni A, Li N, Mao J, et al. Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *Jour Dent Res* 2011 90: 953-968.
24. Cadenaro M, Antonioli F, Sauro FS, Tay FR, Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Europ Jour of Oral Scie* 2005 113: 525-530.
25. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Lenarda R, Dorigo EDS. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 2008 24: 90-101.
26. Malacarne J, Carvalho RM, de Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006; 22: 973-980.
27. Inoue S, Koshiro K, Yoshida Y, De Munck J, Nagakane K, Suzuki K, Sano H, & Van Meerbeek B (2005) Hydrolytic stability of self-etch adhesives bonded to dentin *Journal of Dental Research* 84(12) 1160-1164.
28. Prasanna N., Pallavi Reddy Y., Kavitha S., Lakshmi Narayanan L. Degree of conversion and residual stress of preheated and room-temperature composites. *Indian J. Dent. Res.* 2007;18:173–176
29. Moldovan M, Balazsi R, Soanca A, et al. Evaluation of the Degree of Conversion, Residual Monomers and Mechanical Properties of Some Light-Cured Dental Resin Composites. *Materials (Basel)*. 2019;12(13):2109.
30. Brianezzi LFF, Maenosono RM, Bim O Júnior, Zabeu GS, Palma-Dibb RG, Ishikiriama SK. Does laser diode irradiation improve the degree of conversion of simplified dentin bonding systems? *J Appl Oral Sci.* 2017;25(4):381–386.
31. Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer Conversion of Pre-heated Composite. *J Dent Res* 2005; 84(7): 663-7.

3. CONCLUSÃO

A aplicação de sistemas adesivos assistidos por corrente elétrica com intensidades de 25 e 50 μA foram capazes de gerar uma interface adesiva mais resistente à degradação ao longo do tempo.

REFERÊNCIAS*

Breschi L, A. Mazzoni, A. Ruggeri, M. Cadenaro, R. Di Lenarda, E. De Stefano Dorigo. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater* 2008; 24: 90-10

Breschi M, Fabiani D, Sandrolini L, Colonna M, Sisti L, Vannini M, et al,. Electrical properties of resin monomers used in restorative dentistry. *Dent Mater* 2012; 28:1024-1031.

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

Costa CAG, Passos VF, Neri JR, Mendonça JS, Santiago SL. Effect of Metalloproteinase Inhibitors on Bond Strength of a Self-etching Adhesive on Erosively Demineralized Dentin. *J Adhes Dent*. 2019;21(4):337-344

Daood D, Yiu CKY, Burrow MF, Niu LN, Tay FR. Effect of a novel quaternary ammonium silane cavity disinfectant on durability of resin-dentine bond. *J Dent* 2017; 60: 77-86.

De Munck J, Van Landuyt K, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M, Van Meerbeek B. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005 Feb; 84 (2):118-32

Fujiwara S, Takamizawa T, Barkmeier WW, Tsujimoto A, Imai A, Watanabe H, Erickson RL, Latta MA, Nakatsuka T, Miyazaki M. Effect of double-layer application on bond quality of adhesive systems. *J Mech Behav Biomed Mater* 2018;77:501-509.

Ito S, Hashimoto M, Wadgaonkar B, Svizero N, Carvalho RM, Yiu C, Rueggeberg FA, Foulger S, Saito T, Nishitani Y, Yoshiyama M, Tay FR, Pashley DH. Effects of resin hydrophilicity on water sorption and changes in modulus of elasticity. *Biomater* 2005; 26(33):6449-59.

Karadas M, Çağlar İ. The effect of Er:YAG laser irradiation on the bond stability of self-etch adhesives at different dentin depths. *Lasers Med Sci* 2017; 32: 967-974.

* De acordo com as normas da UNICAMP/FOP, baseadas na padronização do International Committee of Medical Journal Editors – Vancouver Group. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o PubMed.

Kim Y, Kim S, Jeong T, Son SA, Kim J. Effects of Additional Acid Etching on the Dentin Bond Strengths of One-Step Self-Etch Adhesives Applied to Primary Teeth. *J Esthet Restor Dent* 2017; 29: 110-117.

Kong K, Hiraishi N, Nassar M, Otsuki M, Yiu CKY, Tagami J. Effect of phytic acid etchant on resin-dentin bonding: Monomer penetration and stability of dentin collagen. *J Prosthodont Res.* 2017 Jul;61(3):251-258

Krizaj D, Jan J, Valencic V. Modeling AC current conduction through a human tooth. *Bioelectromagnetics.* 2004; (25): 3; 185-195

Liu Y, Tjäderhane L, Breschi L et al., "Limitations in bonding to dentin and experimental strategies to prevent bond degradation. *J Dent Res* 2011; 90 (8):.953–968.

Maciel CM. Adesão de sistemas adesivos aplicados ao dente utilizando corrente elétrica. Capítulo A: Sistemas adesivos aplicados no substrato dentário sob corrente elétrica: Revisão sistematizada. Tese (Doutorado em Odontologia) Departamento de Odontologia da Universidade de Taubaté, 2019.

Maravic T, Mazzoni A, Comba A, Scotti N, Checchi V, Breschi L. How stable is dentin as a substrate for bonding? *Curr Oral Health Rep* 2017; 4: 248-25.

Mazzoni A, Visintini E, Vita F, Pasquantonio G, Saboia VP, Ruggeri A Jr, Di Lenarda R, Dorigo E, Breschi L. ElectroBond improves immediate dentin microtensile bond strength of two etch-and-rinse adhesives. *J Adhes Dent* 2009; 11:27-33.

Muñoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. *J Dent.* 2013 May; 41 (5): 404-11.

Nakabayashi N, Kojima K, Masuhara E. The promotion of adhesion by the infiltration of monomers into tooth substrates. *J Biomed Mater Res.* 1982 May; 16 (3): 265-73.

Nakabayashi N. The hybrid layer: a resin–dentin composite. *Proc Finn Dent Soc,* 88 (Suppl. 1) (1992), pp. 321-329.

Pashley DH, Ciucchi B, Sano H, Horner JA. Permeability of dentin to adhesive agents. *Quintessence Int.* 1993; 24(9):618-31.

Pashley DH, Tay FR, Breschi L, Tjäderhane L, Carvalho RM, Carrilho M et al. State of the art etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater.* 2011; 27(1):1-16.

Pasquantonio G, Breschi L, Petrone A. A method and device for preparing the hard structures of teeth for the application of dental restorative materials. US Patent 2003; Nov 4; 6,641,396.

Pasquantonio G, Tay FR, Mazzoni A et al. Electric device improves bonds of simplified etch-and-rinse adhesives. *Dent Mater* 2007 23: 513-518.

Pereira SG, Fulgêncio R, Nunes TG, Toledano M, Osorio MR, Carvalho RM. Effect of curing protocol on the polymerization of dual-cured resin cements. *Dent Mater* 2010; 26: 710-718

Rodrigues SB, Collares FM, Leitune VC, Schneider LF, Ogliari FA, Petzhold CL, Samuel SM. Influence of hydroxyethyl acrylamide addition to dental adhesive resin. *Dent Mater.* 2015 Dec;31(12):1579-86.

Sano H, Takatsu T, Ciucchi B, Horner JA, Matthews WG, Pashley DH. Nanoleakage: leakage within the hybrid layer. *Oper Dent.* 1995; 20(1):18-25.

Souza MY, Jurema ALB, Caneppele TMF, Bresciani E. Six-month performance of restorations produced with the ethanol-wet-bonding technique: a randomized trial. *Braz Oral Res.* 2019 Jul 1;33:e052.

Tjäderhane I. Dentin bonding: can we make it last?. *Oper Dent*, 40 (2015), pp. 4-18, 10.2341/14-095-BL

Toledano M, Mazzoni A, Monticelli F et al. ElectroBond application may improve wetting characteristics of etched dentine. *J Dent* 2011 39: 180-186.

Van Meerbeek B, De Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P, et al. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent* 2003; 28: 215-235

Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2011;27(1):17-28.

Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hanabusa M, Matsumoto T, Momoi Y. X-ray diffraction analysis of three-dimensional self-reinforcing monomer and its chemical interaction with tooth and hydroxyapatite. *Dent Mater J* 2012b; 31: 697-702.

Yoshida Y, Yoshihara K, Nagaoka N, Hayakawa S, Torii Y, Ogawa T, Osaka A, Meerbeek BV. Self-assembled Nano-layering at the Adhesive interface. *J Dent Res* 2012a; 91: 376-381.

Zecin-Deren A, Sokolowski J, Szczesio-Wlodarczyk A, Piwonski I, Lukomska-Szymanska M, Lapinska B. Multi-Layer Application of Self-Etch and Universal Adhesives and the Effect on Dentin Bond Strength. *Molecules*. 2019 Jan 18;24(2)

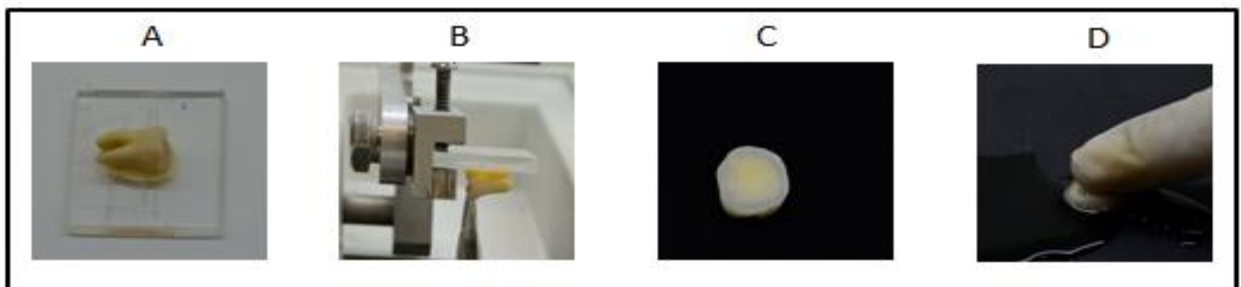
APÊNDICE 1 – Descrição da metodologia

Figura 1: Sistemas adesivos utilizados no estudo.



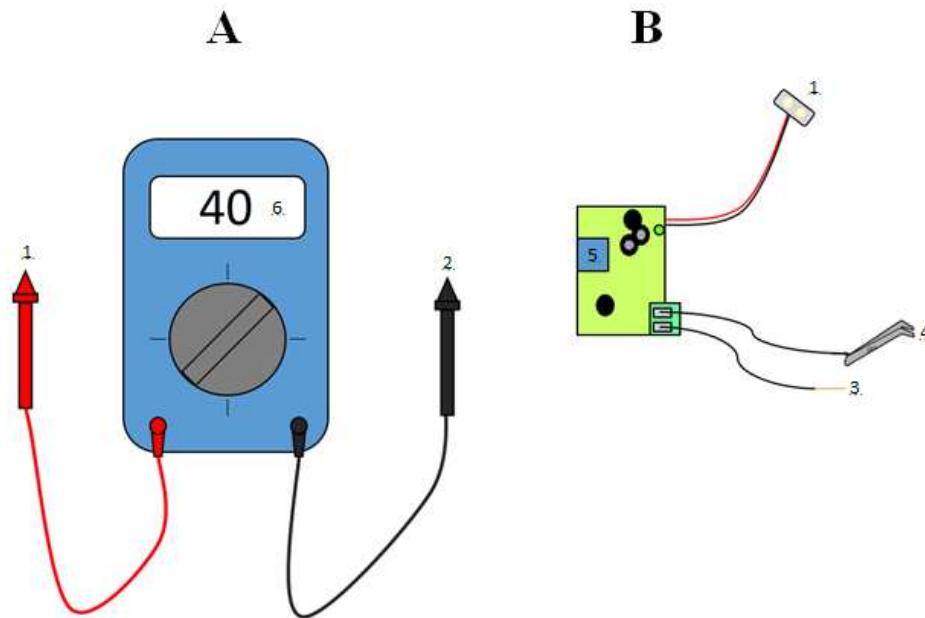
A) Adper Single Bond 2; B) Clearfil SE Bond; C) ScotchBond Universal

Figura 2: Preparo das amostras.



A) Dente fixado na placa de acrílico; B) Corte na Isomet 1,5 mm abaixo da junção cimento-esmalte e 4,5 mm acima; C) Superfície da dentina exposta; D) Superfície lixada em lixa #600 por 30 segundos.

Figura 3: Descrição de funcionamento do aparelho controlador e emissor de corrente elétrica.

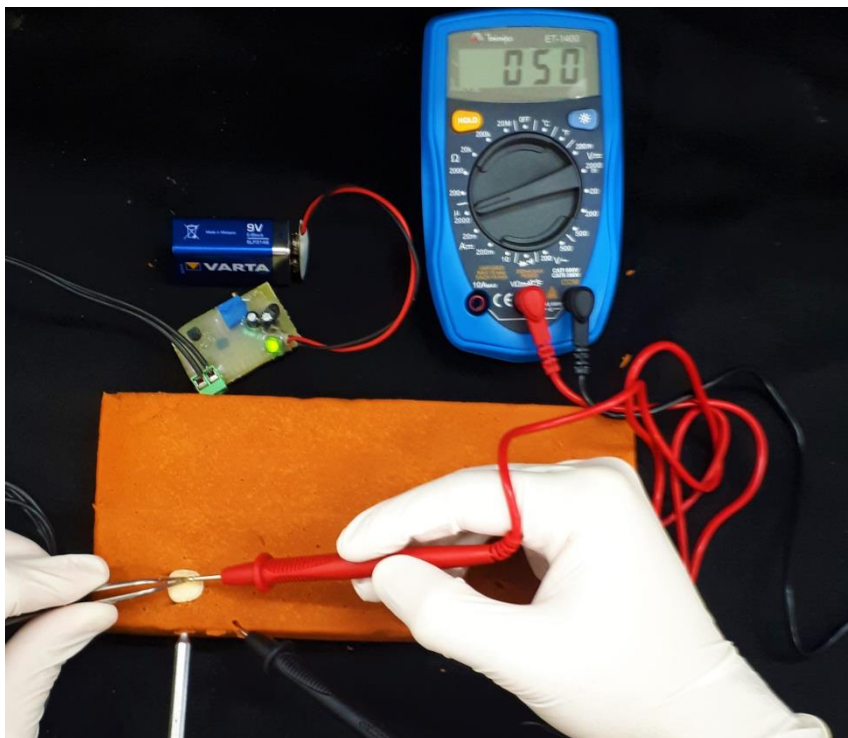


Etapas:

1. A – multímetro: Inserir uma bateria no multímetro (A) e outra bateria alcalina de 9V no controlador de corrente (B).
2. Ligar o multímetro (A) no controlador de corrente (B), conectando os eletrodos negativos (1 e 3) e positivos (2 e 4). Eletrodo positivo do controlador de corrente (4) conectado a uma pinça metálica.
3. Controlador de corrente (B): Selecionar a amperagem que será utilizada na aplicação do adesivo por meio do potenciômetro (5), verificando a mesma no visor do multímetro (6).
4. Procedimento clínico: Colocar o eletrodo negativo (vermelho) na cavidade bucal do paciente;
Procedimento em laboratório: colocar o eletrodo negativo (vermelho) numa superfície esponjosa umedecida, onde será fixado o dente para simular o periodonto e transmitir corrente elétrica (ex: esponja);
5. Aplicar o sistema adesivo sobre o dente (dentina ou esmalte) espalhando-o com o auxílio da pinça metálica, seguindo as recomendações do fabricante (4).

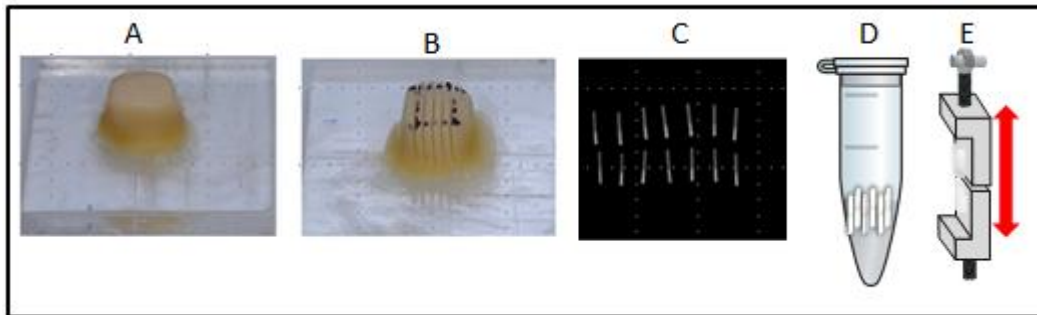
Durante o procedimento, o dispositivo identifica a resistência do dente (em ohm - significa a oposição do dente à passagem da corrente elétrica) pela emissão da corrente elétrica (Amperes), previamente estabelecida pela fonte de energia (bateria), estabelecendo a tensão do dente. O operador define a tensão da corrente elétrica que será fornecida pelo controlador da corrente e mostrada no visor do multímetro. Ajustada a corrente, o *chip* do controlador da corrente define o valor da resistência elétrica do dente com os eletrodos conectados. O aparelho automaticamente aumenta ou diminui a intensidade elétrica de acordo com a resistência encontrada no dente, padronizando a corrente elétrica e mantendo a amperagem selecionada pelo operador. O aparelho está em processo de patente no setor INOVA da UNICAMP e sujeito à confidencialidade.

Figura 4: Aplicação do sistema adesivo utilizando o aparelho emissor de corrente elétrica.



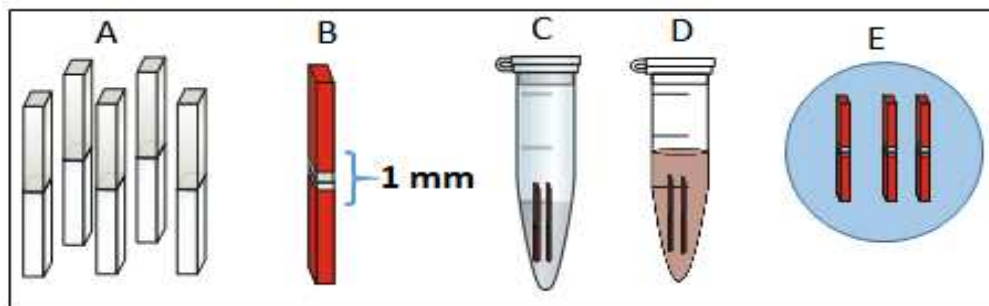
O dente é fixado em uma esponja úmida. O sistema adesivo é aplicado por uma pinça metálica (polo positivo) enquanto outro instrumento metálico está inserido na esponja úmida abaixo da raiz (polo negativo), garantindo o fechamento do circuito. O multímetro mostra que está sendo utilizada a corrente de 50 μ A durante a aplicação dos sistemas adesivos.

Figura 5: Obtenção dos palitos.



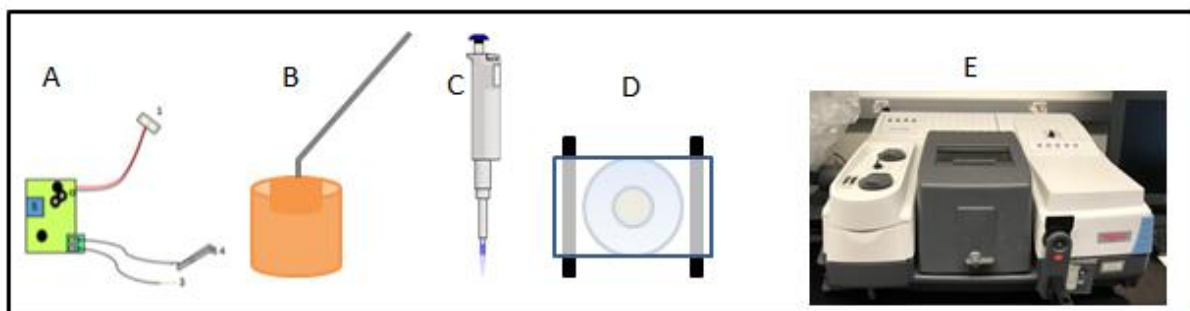
A) Dente restaurado em resina composta; B) Dente fatiado utilizando uma cortadeira Isomet; C) Palitos obtidos (1 mm x 1 mm); D) Palitos armazenados em água destilada por 24 horas ou por 1 ano; E) Palito sendo submetido ao teste de resistência de união à microtração na máquina de ensaio universal (Ez test)

Figura 6: Preparo das amostras para teste de nanoinfiltração.



A) Palitos; B) Cobertura dos palitos com esmalte de unha deixando 1 mm da interface exposto; C) Armazenamento dos palitos em solução de nitrato de prata por 24 horas; D) Armazenamento dos palitos em solução reveladora por 8 horas; E) Inclusão dos palitos em resina epóxi para polimento das amostras

Figura 7: Grau de conversão



A) Aparelho emissor de corrente elétrica; B) Sistema adesivo aplicado dentro de uma matriz metálica e manipulado por 10 segundos, utilizando o polo positivo (pinça) para agitação; C) 50 μ l de adesivo removidos por uma pipeta; D) Aplicação de sistema adesivo dentro de um molde de silicone por condensação, colocado entre duas lâminulas de vidros presas por 2 grampos; E) Equipamento para mensuração do grau de conversão dos sistemas adesivos.

Anexo 1- Submissão do artigo ao periódico

Brazilian Oral Research - Manuscript ID BOR-2020-0126

 Cristina Leitão <onbehalfof@manuscriptcentral.com>
Fri 2/14/2020 2:08 PM
To: marcusbertolo@hotmail.com; rafapivotti@gmail.com; mauricio_guarda@hotmail.com; abuna@outlook.com; consani@fop.unicamp.br; sinhoreti@unicamp.br

14-Feb-2020

Dear Dr. Bertolo:

Your manuscript entitled "Influence of the electric-current-assisted application of three adhesive systems on the adhesive interface" has been successfully submitted online and is presently being given full consideration for publication in the Brazilian Oral Research.

Your manuscript ID is BOR-2020-0126.

Please mention the above manuscript ID in all future correspondence or when calling the office for questions. If there are any changes in your street address or e-mail address, please log in to ScholarOne Manuscripts at <https://mc04.manuscriptcentral.com/bor-scielo> and edit your user information as appropriate.

You can also view the status of your manuscript at any time by checking your Author Center after logging in to <https://mc04.manuscriptcentral.com/bor-scielo>.

Thank you for submitting your manuscript to the Brazilian Oral Research.

Sincerely,
Brazilian Oral Research Editorial Office

Anexo 2- Verificação de originalidade e prevenção de plágio

Tese Marcus			
ORIGINALITY REPORT			
22%	16%	16%	10%
SIMILARITY INDEX	INTERNET SOURCES	PUBLICATIONS	STUDENT PAPERS
PRIMARY SOURCES			
1	repositorio.unicamp.br Internet Source		7%
2	Submitted to Universidade Estadual de Campinas Student Paper		2%
3	www.jopdentonline.org Internet Source		1%
4	"Full Issue PDF", Operative Dentistry, 2015 Publication		1%