Karoline Guará B. Almeida Cavalcanti

## Influência da irradiância e do tempo de exposição nas propriedades mecânicas e na estabilidade da interface adesiva de adesivos universais

Influence of irradiance and exposure times on the mechanical properties and adhesive interface stability of universal adhesives

Tese apresentada à Universidade Ceuma para obtenção do Título de Doutora em Odontologia na Área de Clínica Odontológica Integrada.

São Luís, 2023

Karoline Guará B. Almeida Cavalcanti

## Influência da irradiância e do tempo de exposição nas propriedades mecânicas e na estabilidade da interface adesiva de adesivos universais

Influence of irradiance and exposure times on the mechanical properties and adhesive interface stability of universal adhesives

Tese apresentada ao Programa de Pósgraduação em Odontologia da Universidade Ceuma para obtenção do Título de Doutora em Odontologia.

Área de Concentração: Odontologia Integrada

Orientador: Prof. Dr. Andres Felipe Millan Cardenas

Co-orientadora: Profa. Dra. Fabiana Suelen Figuerêdo de Siqueira

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (UNICEUMA) Universidade Ceuma Processamento técnico Catalogação na fonte elaborada pela equipe de Bibliotecárias:

Alice Beatriz Mendes dos Santos –13/639 Gleice Melo da Silva – CRB 13/650 Jarina Santos Serra – CRB 13/953 Michele Alves da Silva – CRB 13/60

C377i Cavalcanti, Karoline Guará Brusaca Almeida

Influência da irradiância e do tempo de exposição nas propriedades mecânicas e na estabilidade da interface adesiva de adesivos universais. / Karoline Guará Brusaca Almeida Calvacanti. – São Luís: UNICEUMA, 2023.

95.; il

Tese (Doutorado) - Curso de Odontologia. Universidade CEUMA, 2023.

1. Adesivos dentinários. 2. Fotopolimerização 3. Infiltração dentária. 4. Degradação. I. Cardenas, Andres Felipe Millan (Orientador) III. Siqueira, Fabiana Suelen Figueredo de (Coorientador) III. Título.

CDU: 616.314-77

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Alice Santos CRB13/639

Proibida a reprodução total ou parcial, de qualquer forma ou por qualquer meio eletrônico ou mecânico, inclusive através de processos xerográficos, sem permissão expressa do Autor. (Artigo 184 do Código Penal Brasileiro, com a nova redação dada pela Lei n.8.635, de 16-03-1993).

Universidade Ceuma - UNICEUMA

Pró-Reitoria de Pós-Graduação, Pesquisa e Extensão Doutorado em Odontologia

FOLHA DE APROVAÇÃO Tese apresentada e defendida por Karoline Guará B. Almeida Cavalcanti e aprovada pela comissão julgadora em 07/03/2023

Prof. Dr. Edilausson Moreno Carvalho Universidade Ceuma

Profa. Dra. Gisele Rodrigues da Silva Universidade Federal de Uberlândia

Profa. Dra. Veridiana Silva Campos Universidade Estadual do Norte do Paraná

Prof. Dr. Camilo Andres Pulido Mora Universidade San Francisco de Quito - Equador

Prof. Dr. Andres Felipe Millan Cardenas Presidente da Banca e Professor Orientador Universidade Ceuma

Prof. Dr. Luís Claudio Silva Pró-Reitor de Pós-Graduação, Pesquisa e Extensão

### AGRADECIMENTOS

A Deus, toda honra, toda glória e gratidão eterna.

Aos meus amados pais, Maria do Carmo e José Ernani (*in memoriam*), vcs são minha base, meu apoio e minha fonte de inspiração e que me incentivaram nessa caminhada árdua e gratificante de mais uma pós-graduação.

Ao meu esposo Carlos Eduardo e aos nossos filhos Enzo e Giovana, meus alicerces de amor! Obrigada pela paciência, pelo ombro amigo em certos momentos de dúvidas e angústias e por compreenderem as ausências em alguns momentos para que esse sonho fosse construído.

Aos meus irmãos Karine, Kristine e Felipe, e cunhados-irmãos Hérquimas, Christian, Patrícia e Laís por sempre me incentivarem na busca da realização desse sonho.

Aos meus sogros Edelise e Carlos Eduardo pelo carinho, apoio de sempre e pelo incentivo.

Ao meu orientador professor Dr. Andres Millan, e a minha co-orientadora professora Dra. Fabiana Siqueira, casal amigo que admiro muito e que são exemplos de professores e pesquisadores! Gratidão eterna! Obrigada por tudo e por essa preciosa acolhida e condução de vocês. Deus colocou vocês no meu caminho.

Ao mestrando e colega Pedro Henrique, pela grande generosidade, disponibilidade e pelo apoio valioso em contribuir com este trabalho.

Às Universidades Ceuma (Uniceuma) e Federal de Uberlândia (UFU) compartilhando oportunidades, grandes experiências e conhecimentos para alcançar esse sonho.

Aos colegas que o Doutorado me proporcionou o convívio e a todos os familiares que direta e indiretamente contribuíram na execução desse projeto e para meu crescimento diário.

Às minhas secretárias Juciane, Selma e Odilia, minhas fiéis escudeiras. Obrigada pelo apoio de sempre!

Ao meu Pet-amigo Fox José, pela companhia, sob os meus pés, em todos os momentos que estive sentada no computador trabalhando na realização desse sonho.

# EPÍGRAFE

"Não são as respostas que movem o mundo, são as perguntas."

Albert Einstein

# SUMÁRIO

LISTA DE TABELAS	9
RESUMO	10
ABSTRACT	12
1 INTRODUÇÃO GERAL	9
2 CAPÍTULO 1: artigo 1	16
3 CAPÍTULO 2: artigo 2	42
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS	67
REFERÊNCIAS	69
APÊNDICES	73
ANEXOS	88

# LISTA DE TABELAS

# Artigo 1

Table 1 - Adhesive systems, batch number, composition, groups and	
application mode	36
Table 2 - Knoop hardness values (KHN ± standard deviation) as an	
estimation of polymer cross-linking density ( $\Delta$ %) after immersion	
in absolute ethanol for all experimental groups (*)	37
Table 3 - Means of microtensile bond strength values (MPa ± standard	
deviation) for all experimental groups (*)	38
Table 4 $$ - Means of silver nitrate deposition (% ± standard deviation) for all	
experimental groups (*)	39
Table 5 - Means of in situ degree of conversion values (% ± standard	
deviation) for all experimental groups	40
Artigo 2	
Tabela 1 - Sistemas adesivos, número do lote, composição, longevidade,	
grupos e modo de aplicação	61
Tabela 2 - Modo de fratura (%) dos espécimes dos diferentes grupos	
experimentais	62
Tabela 3 - Valores das medias de resistência de união µTBs (MPa ± Desvio	
padrão) dos especimes de resina-dentina para Clearfil Universal	
Bond Quick (*)	63
Tabela 4 - Valores das médias de resistência de união µTBs (MPa ± Desvio	
padrão) dos espécimes de resina-dentina para ScotchBond	
Universal (*)	64
Tabela 5 - Valores das medias de Nanoinfiltração (% ± Desvio padrão) dos	
espécimes de resina-dentina para Clearfil Universal Bond Quick	

 Cavalcanti KGBA. Influência da Irradiância e do tempo de exposição nas propriedades mecânicas e na estabilidade da interface adesiva de adesivos universais [tese]. São Luís. Universidade Ceuma; 2023.

### RESUMO

A descoberta e o aprimoramento dos sistemas adesivos representaram uma conquista nas práticas odontológicas tendo a possibilidade de se conseguir um substrato dentário conservado. Recentemente, surgiram os adesivos Universais para simplificar o conceito de ambas as estratégias adesivas existentes (ER ou SE) ou para associar a técnica "seletiva do esmalte" a fim de que o protocolo clínico de união ao substrato dentário seja mais rápido e menos vulnerável aos problemas decorrentes de sua sensibilidade técnica. Porém os adesivos simplificados podem ter uma polimerização insuficiente. Novos aparelhos fotopolimerizadores surgiram no mercado atual que foram lançados como uma solução para realizar restaurações com maior incremento de resina e potencialmente permitir que se diminua o tempo de polimerização atingindo uma polimerização ideal de materiais restauradores. Assim, o presente estudo foi dividido em dois capítulos que abordaram a influência da irradiância e do tempo de exposição nas propriedades mecânicas e adesivas de adesivos Universais em dentina imediatamente e após dois anos de armazenamento. No experimento 1, Dois adesivos universais, Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) e Scotchbond Universal (SBU), foram fotopolimerizados usando diversas Irradiâncias e tempos de exposição: 1400mW/cm2 por 5s (1400\*5); e por 10s (1400\*10); 3200mW/cm2 por 5s (3200\*5); e por 10s (3200\*10). Discos de cada adesivos foram utilizados para medir a KHN e PCLD. 128 molares humanos foram distribuídos aleatoriamente para 16 grupos de acordo com as variáveis: sistema adesivo vs. estratégias adesivas vs. Irradiância e tempo de exposição. Após a restauração, os dentes foram seccionados em palitos e testados por μTBS, NL e DC. Os dados do PCLD (%), KHN, μTBS (MPa), NL (%), e DC (%) foram submetidos à ANOVA e Teste de Tukey (5%). Reduções significativas na dureza (KHN), resistência de união (µTBS), e grau de conversão (DC) (p > 0.002) e um aumento na nanoinfiltração (NL) e na densidade de reticulação de polímero

(PCLD) (p>0.003) foram observados por 3200\*10 (32J/cm2) quando comparados com outros grupos. Maiores valores de KHN, µTBS e DC (p>0.002) foram observados para 3200\*5 (16J/cm2) em comparação com os outros grupos. Os grupos 1400\*5 (7J/cm2) e 1400\*10 (14J/cm2) mostraram valores intermediários (p=0.001). No experimento 2, 128 dentes foram divididos em 16 grupos (n = 8 espécimes) baseados na combinação das variáveis: 1. Adesivo: CUQ e SBU; 2. Estratégias adesivas: condicionamento total (ER) e autocondicionante (SE); 3. Irradiância/Tempo de exposição: 1400 mW/cm2 por 5 s (7 J/cm2) e por 10 s (14 J/cm2), e 3200 mW/cm2 por 5 s (16 J/cm2) e por 10s (32 J/cm2). Os espécimes produzidos do mesmo dente foram randomizados e testados após 24 horas ou após 2 anos de armazenamento. Os dados do µTBS (MPa) e NL (%) foram submetidos à ANOVA 3-fatores e Teste de Tukey 5%. Maiores valores de µTBS foram observados para 3200\*5 (16 J/cm2) e 1400\*10 (14 J/cm2) enquanto menores valores de µTBS foram observados para 3200\*10 (32 J/cm2) e 1400\*5 (7 J/cm2) para ambos os adesivos universais testados. Apesar da diminuição nos valores de µTBS e do aumento de NL, ambos significativos, para todos os grupos após 2 anos de armazenamento em água, 3200\*5 (16 J/cm2) ainda apresentou os maiores valores de µTBS; e 1400\*10 (14 J/cm2) e 3200\*5 (16 J/cm2) apresentaram os menores de NL enquanto 3200\*10 (32 J/cm2) apresentou menores valores de µTBS e os maiores de NL quando comparado aos outros grupos, para ambos os adesivos universais testados. Concluiu-se que o uso de alta irradiância (3200 mW/cm2) por 5 s mostrou os melhores resultados em termos de propriedades mecânicas e adesivas para ambos os adesivos universais à dentina como promoveu maior estabilidade da interface adesiva, enquanto o tempo de exposição prolongado (10s) na irradiância mais alta (3200 mW/cm2) mostrou piores resultados após 24 h e 2 anos de armazenamento.

**Palavras-chave**: Adesivos dentinários. Fotopolimerização. Infiltração Dentária. Degradação.

Cavalcanti KGBA. Influence of irradiance and exposure times on the mechanical properties and adhesive interface stability of universal adhesives [thesis]. São Luís: Universidade CEUMA; 2023.

### ABSTRACT

The discovery and improvement of adhesive systems represent an achievement in dental practices with the possibility of attaining a preserved dental substrate. Recently, universal adhesives have emerged to simplify the concept of both adhesive strategies existing (ER ou SE) or to associate the "selective enamel" technique so that the clinical protocol of bonding to the dental substrate turns out to be faster and less vulnerable to problems arising from its technical sensitivity. However, simplified adhesives may have insufficient polymerization. New lightcuring devices have emerged in the current market that were launched as a solution to perform restorations with a greater resin increment and potentially allowing the reduction of polymerization time so that an ideal polymerization of restorative materials is achieved. Thus, the present study has been divided into two chapters that addressed the influence of irradiance and exposure time on the mechanical and adhesive properties of Universal adhesives on dentin immediately and after two years of storage. In experiment 1, two universal adhesives, Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) and Scotchbond Universal (SBU), light-cured using different Irradiances were and exposure times:1400mW/cm2 for 5s (1400\*5); and for 10s (1400\*10); 3200mW/cm2 for 5s (3200\*5); and for 10s (3200\*10). Discs of each adhesive were used to measure KHN and PCLD. 128 human molars were randomly assigned to 16 groups according to the variables: adhesive system vs. adhesive strategies vs. Irradiance and exposure time. After restoration, the teeth were sectioned into sticks and tested by µTBS, NL and DC. The data of PCLD (%), KHN, µTBS (MPa), NL (%), and DC (%) were submitted to ANOVA and Tukey's Test (5%). Significant reductions in Knoop hardness (KHN), microtensile bond strength ( $\mu$ TBS), and in situ degree of conversion (DC) (p > 0.002) and an increase in nanoleakage (NL) and polymer cross-linking density (PCLD) (p>0.003) were

observed by 3200\*10 (32J/cm2) when compared to other groups. Higher values of KHN, µTBS and DC (p>0.002) were observed for 3200\*5 (16J/cm2) compared to the other groups. The 1400\*5 (7J/cm2) and 1400\*10 (14J/cm2) groups showed intermediate values (p=0.001). In experiment 2, 128 teeth were divided into 16 groups (n = 8 specimens) based on the combination of variables: 1. Adhesive: CUQ and SBU; 2. Adhesive strategies: etch-rinse (ER) and self-etching (SE); 3. Irradiance/Exposure time: 1400 mW/cm2 for 5 s (7 J/cm2) and for 10 s (14 J/cm2), and 3200 mW/cm2 for 5 s (16 J/cm2) and for 10s (32 J/cm2). The specimens produced from the same tooth were randomized and tested either after 24 hours or after 2 years of storage. The µTBS (MPa) and NL (%) data were submitted to 3-way ANOVA and 5% Tukey's test. Higher µTBS values were observed for 3200\*5 (16 J/cm2) and 1400\*10 (14 J/cm2) while lower µTBS values were observed for 3200\*10 (32 J/cm2) and 1400\*5 (7 J /cm2) for both universal adhesives tested. Despite the decrease in µTBS values and the increase in NL, both significant, for all groups after 2 years of storage in water, 3200\*5 (16 J/cm2) still showed the highest µTBS values, and 1400\*10 (14 J/cm2) and 3200\*5 (16 J/cm2) showed the lowest NL values while 3200\*10 (32 J/cm2) showed the lowest µTBS values and the highest NL values when compared to the other groups, for both universal adhesives tested. It was concluded that the use of high irradiance (3200 mW/cm2) for 5 s showed the best results in terms of mechanical and adhesive properties for both universal adhesives to dentin as it promoted greater stability of the adhesive interface, while prolonged exposure time (10s) at the highest irradiance (3200 mW/cm2) showed worse results after 24 h and 2 years of storage.

Keywords: Dentin-bonding agents. Light-curing. Dental Leakage. Degradation.

1. INTRODUÇÃO GERAL

### 1. INTRODUÇÃO GERAL

Adesivos Universais foram desenvolvidos para simplificar o conceito de ambas as estratégias adesivas existentes, seguindo a abordagem adesiva convencional (ER) ou autocondicionante (SE)<sup>1</sup> e permitindo a aplicação de cada estratégia de acordo com a preferência do cirurgião-dentista ou da necessidade clínica.<sup>2</sup> Esses adesivos podem também serem utilizados realizando o condicionamento ácido seletivo do esmalte, que é uma combinação da estratégia ER no esmalte e da estratégia SE na dentina.<sup>3-5</sup> Na verdade, é sabido que as alterações nas formulações e nos mecanismos de ação dos sistemas adesivos, ao longo dos anos, tem o objetivo de aumentar os valores de resistência de união e melhorar a estabilidade dessa união, principalmente em dentina.<sup>1</sup>

No entanto, técnicas mais simplificadas utilizando em sistemas adesivos de um único frasco alteraram a composição desses adesivos, principalmente compostos por água, solventes, fotoiniciadores, monômeros hidrofílicos e hidrofóbicos<sup>6</sup> que podem comprometer a adequada polimerização, principalmente pela presença de solventes remanescentes<sup>7,8</sup> e pela água,<sup>9</sup> uma vez que a completa evaporação dos solventes após a aplicação é difícil, aumentando assim a degradação da interface adesiva.<sup>10</sup>

Algumas pesquisas têm mostrado que uma alternativa para melhorar a adesão, bem como reduzir o fluxo de fluidos através da interface adesiva, é o aumento do tempo de exposição durante a fotopolimerização do adesivo.<sup>11-16</sup> No entanto, isso não traz nenhum tipo de benefício no atendimento clínico uma vez que o cirurgião dentista prefere técnicas mais simplificadas.

Por outro lado, o surgimento de novos aparelhos de fotopolimerização de alta potência tem sido uma alternativa para aumentar a quantidade de incrementos de resina em cada aplicação e permitir tempos mais curtos de polimerização. Tais aparelhos LED multionda, de terceira geração, capazes de atingir mais de 3000 mW/cm<sup>2</sup>, foram lançados com o intuito de poder realizar uma polimerização ideal através da aplicação de um tempo de polimerização mais curto, devido ao aumento de irradiância,<sup>17</sup> promovendo assim, uma

eficiente polimerização de materiais restauradores e consequentemente aumentar às perspectivas de durabilidade clínica.<sup>18</sup>

Embora exista uma padronização de um único tempo de exposição dos adesivos odontológicos, na maioria das vezes, não coincide com o tempo de fotopolimerização recomendado pelos fabricantes dos aparelhos fotopolimerizadores.<sup>19</sup>

Vale ressaltar até o momento que pesquisas que abordam o efeito de diferentes irradiâncias/tempo de exposição nas propriedades mecânicas e adesivas dos adesivos universais usando um aparelho LED de alta potência tem sido algo novo.<sup>20</sup> Estudos clínicos mostram que uma alta irradiância associado ao aumento do tempo de exposição pode melhorar a adesão e reduzir a permeabilidade, porém interfere no tempo de consultório e na preferência pela simplificação da técnica.<sup>11-16</sup>

Desta forma, o objetivo do presente estudo, foi avaliar a influência da irradiância/tempo de exposição na dureza em Knoop (KHN) e na densidade de reticulação de polímero (PCLD), como também das propriedades adesivas da dentina (resistência de união por microtração [µTBS], nanoinfiltração [NL], e grau de conversão in situ [DC]) de dois sistemas adesivos universais no tempo imediato e após 2 anos de armazenamento.

CAPÍTULO 1

### 2 CAPÍTULO 1: artigo 1

#### Artigo publicado na Operative Dentistry

## Influence of irradiance and exposure times on the mechanical and adhesive properties of universal adhesives with dentin

**Running title:** Influence of irradiance/exposure time on mechanical and adhesive properties

**Clinical relevance:** Better mechanical and bonding performance to dentin was observed when a universal adhesive was light-cured using a high irradiance (3200 mW/cm<sup>2</sup>) for only 5 s, which is in agreement with clinician preference for simplification.

#### Summary

**Objectives**: This study evaluated the influence of irradiance/exposure time on the Knoop hardness (KHN) and polymer cross-linking density (PCLD), as well as microtensile bond strength ( $\mu$ TBS), nanoleakage (NL), and in situ degree of conversion (DC) of universal adhesives.

**Methods & Materials**: Two universal adhesive systems, Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) and Scotchbond Universal Adhesive (SBU), were light-cured using various *Irradiance/exposure times*: 1400mW/cm<sup>2</sup> for 5s (1400\*5); 1400mW/cm<sup>2</sup> for 10s (1400\*10); 3200mW/cm<sup>2</sup> for 5s (3200\*5); 3200mW/cm<sup>2</sup> for10 s (3200\*10). Adhesive disks from each group were used to measure PCLD by KHN. One hundred and twenty-eight human molars were randomly assigned to 16 groups according to the following variables: *adhesive system vs. adhesive strategies vs. radiance/exposure times*. After restoration, specimens were sectioned into beams and tested for  $\mu$ TBS, NL, and DC. The data from PCLD (%), KHN,  $\mu$ TBS (MPa), NL (%), and DC (%) data were subjected to ANOVA and Tukey's test ( $\alpha$ =5%).

**Results**: Significant reductions in KHN,  $\mu$ TBS, and DC (p > 0.002) values and an increase in NL and PCLD (p>0.003) values were observed for 3200\*10 when

compared with other groups. Higher KHN,  $\mu$ TBS, and DC (p>0.002) values were observed for 3200\*5 in comparison with the other groups. The 1400\*5 (7J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 (14J/cm<sup>2</sup>) groups showed intermediate values (p=0.001).

**Conclusion:** The use of higher irradiance (3200 mW/cm<sup>2</sup>) for only 5 s showed better results in terms of mechanical and bonding properties for both universal adhesives to dentin, while prolonged exposure time (10s) at the higher irradiance (3200 mW/cm<sup>2</sup>) showed the worst results.

#### INTRODUCTION

Current bonding strategies are classified according to how adhesive systems interact with the smear layer, and they are divided into the etch-and-rinse (ER) strategy and self-etch (SE) strategy. <sup>1</sup> However, there is a trend among manufacturers to simplify bonding procedures to satisfy the demand for adhesive procedures that are faster, less technique-sensitive, and more user-friendly. <sup>1</sup>

In this sense, several manufacturers launched in the market "Universal" adhesive systems, which provide dentists with the choice of selecting the adhesion strategy – ER, SE, or an alternative "selective enamel etching", which is a combination of ER strategy on enamel and SE strategy on dentin. <sup>2-4</sup> Universal adhesives are a single one-bottle, no-mix adhesive system that performs equally well with any adhesion strategy and bonds adequately to tooth structure as well as to different restorative materials. <sup>3, 5</sup>

However, all simplified one-bottle adhesives are very complex blends of hydrophilic and hydrophobic monomers, water, solvents, and photoinitiators. <sup>6</sup> Consequently, the polymerization of simplified one-bottle adhesives may be adversely affected by the remaining solvent <sup>7, 8</sup> and water, <sup>9</sup> mainly because the complete evaporation of solvents after application is clinically difficult. <sup>10</sup> Therefore, simplified one-bottle adhesives are associated with a lower polymerization pattern as compared with multi-step adhesives, which usually include a solvent-free adhesive as the final step. <sup>11</sup>

Although little attention has been given to the polymerization of adhesive systems, <sup>12</sup> some studies have shown that it is possible to increase the adhesive performance as well as reduce the permeability by applying a prolonged exposure time during adhesive light-curing. <sup>11, 13-17</sup> However, this increases the

chairside time, which does not comply with the clinician's preference for simplification. Recently, high-irradiance third-generation polywave LED curing units were introduced, capable of reaching more than 3000 mW/cm<sup>2</sup>. These new light-curing devices were launched as a solution to increase the restoration thickness and potentially allow shorter polymerization times to achieve optimal photocuring of restorative materials.<sup>18</sup>

The manufacturers of these polywave devices based the effective polymerization process on the exposure reciprocity law, <sup>19, 20</sup> and suggest using a curing light that emits a high irradiance could reduce the exposure time. Thus, it is possible that these polywave devices achieve sufficient polymerization using a shorter curing time, because of the increased irradiance.<sup>21</sup> However, most dental adhesive manufacturers indicate a single exposure duration regardless of the material type, shade, or clinical distance from the tip, recommending the specific exposure times for their products that often do not match those of the light manufacturers.<sup>12</sup>

To the best of our knowledge, no study was found to address the effect of different radiant exposures on the mechanical and bonding properties of universal adhesives using a high-power polywave device. Thus, the aim of this study was to evaluate the influence of radiant exposure on the Knoop hardness (KHN) and polymer cross-linking density (PCLD), as well as the dentin bonding properties (microtensile bond strength [ $\mu$ TBS], nanoleakage [NL], and in situ degree of conversion [DC]) of universal adhesives. The null hypothesis to be tested was that irradiance should not affect (1) the Knoop hardness, (2) polymer cross-linking density, in addition to (3)  $\mu$ TBS, NL, and DC.

#### **METHODS & MATERIALS**

Two commercial universal adhesive systems were used: Clearfil Universal Bond Quick (CUQ, Kuraray Noritake; Tokyo, Japan) and Scotchbond Universal Adhesive (SBU, 3M Oral Care; St Paul, MN, USA). The detailed composition and batch number of the adhesives are described in Table 1. An LED light-curing unit (Valo Ultradent Products, Salt Lake City, UT, USA) was used

at an irradiance of 1400 mW/cm<sup>2</sup> or 3200 mW/cm<sup>2</sup> for 5 or 10 s, resulting in different delivered energy levels (7 – 32 J/cm<sup>2</sup>).

These values were determined using a laboratory grade spectroradiometer (USB 2000, Ocean Optics, Dunedin, FL, USA) previously calibrated using a NIST-traceable light source and connected to a 6" integrating sphere (Labsphere, North Sutton, NH, USA). For this purpose, the light-emitting area tip end was positioned at the entrance of the integrating sphere, so that all light emitted from the unit was captured. The spectral power measurements were obtained using software (SpectraSuite, v2.0.146, Ocean Optics), where the integrated area between 350 and 550 nm, which also provided the total emitted power value for that wavelength range. Radiant emittance values of each exposure mode (mW/cm<sup>2</sup>) were determined as the total measured power value was divided by the light-emitting area of light-emitting area distal tip end. This value was then multiplied by the light exposure duration in order to derive the value of radiant exposure applied to each tooth surface for each light output mode  $(J/cm^2)$ .

#### Knoop hardness test for polymer cross-linking density

The adhesive disks for the KHN and PCLD tests were produced based on the combination of the main variables, that is, 1. *Adhesives*: CUQ and SBU; 2. *Irradiance/exposure times*: 1400 mW/cm<sup>2</sup> for 5 s (7 J/cm<sup>2</sup>), 1400 mW/cm<sup>2</sup> for 10 s (14 J/cm<sup>2</sup>), 3200 mW/cm<sup>2</sup> for 5 s (16 J/cm<sup>2</sup>), and 3200 mW/cm<sup>2</sup> for 10 s (32 7 J/cm<sup>2</sup>), and 3. *Immersion in ethanol*: measurement was performed *before* and *after* immersion in ethanol (APPENDIX A).

Five adhesive disks of each material were produced in a brass mold 5.0 mm in diameter and 1.0 mm in height (Odeme Prod. Odont; Joaçaba, SC, Brazil).<sup>22</sup> The adhesive was dripped into the mold, until filling it completely. The air bubbles trapped in the adhesives were removed with a microbrush. Following, the solvent was evaporated using an air-water syringe for 40 s. A polyester mylar strip was placed on top of the adhesive, which was light cured according to each irradiance, time, and adhesive group. After light-curing, the specimens were stored in a dry environment at 37 °C for 24 h (APPENDIX B).

19

For measurement of Knoop hardness, indentations were made in the light-curing top surface with a Knoop indenter (KHN; Shimadzu; Kyoto, Japan) using a 10 g load for 15 s. Three indentations were made in each specimen, and these values were averaged for statistical purposes. After the first KHN measurement, specimens were stored in a 100% ethanol solution at 37 °C for 24 h, and then the second KHN measurement was performed. The polymer cross-linking density was estimated by the softening effect of the ethanol, that is, by the decrease in hardness (APPENDIX C).<sup>22</sup>

#### Selection and Preparation of Teeth

One hundred and twenty-eight extracted, caries-free human molars were used. The teeth were collected after obtaining the patients' informed consent. The ethics committee of the local university approved this study under protocol #3.542.383. The teeth were disinfected in 0.5% chloramine, stored in distilled water, and used within 6 months after extraction. The teeth were sectioned parallel to the occlusal surface using a low-speed diamond saw (Isomet, Buehler; Lake Bluff, IL, USA) under water-cooling to expose the mid-coronal dentin. A smear layer was standardized for all specimens by grinding each flat dentin surface with #600-grit silicon carbide paper (SiC) under running water for 60 s (APPENDIX D).

#### **Experimental Design**

The teeth were then randomly assigned to 16 groups (n = 8 dentin specimens for  $\mu$ TBS, NL, and DC) based on the combination of the main variables, that is, 1. *Adhesive*: CUQ and SBU; 2. *Adhesive strategies*: two-step etch-and-rinse (ER) and one-step self-etch (SE) approaches; 3. *Irradiance/exposure times*: 1400 mW/cm<sup>2</sup> for 5 s (7 J/cm<sup>2</sup>), 1400 mW/cm<sup>2</sup> for 10 s (14 J/cm<sup>2</sup>), and 3200 mW/cm<sup>2</sup> for 5 s (16 J/cm<sup>2</sup>), and 3200 mW/cm<sup>2</sup> for 10 s (32 J/cm<sup>2</sup>). The composition, application mode, and batch numbers are listed in Table 1.

#### **Restorative procedures**

For the ER strategy, a 37% phosphoric acid gel (Condac, FGM Dental Products; Joinville, SC, Brazil) was applied to the dentin surfaces for 15 s, followed by rinsing with water for 30 s and air-drying for 5 s (APPENDIX E). For the SE strategy, the dentin was not conditioned. For both strategies, the adhesives were applied according to the manufacturer's instructions, and light-cured according to each irradiance/exposure time. To achieve the exposure times when the device was in high irradiance mode and considering which Valo was set to 3 s, the curing time was set to 5 (3 + 2) and 10 ( $3 \times 3 + 1$ ) s, with the light spot performed immediately in sequence (APPENDIX F).

The resin composite buildups (Opallis; FGM, Joinville, Brazil) were then constructed incrementally (three 1.5-mm increments) and each increment was light-cured for 40 s each using the same LED light-curing unit (Valo Ultradent Products) at 1000 mW/cm<sup>2</sup> (40 J/cm<sup>2</sup>). A single operator performed all the bonding procedures.

After storage in distilled water at 37 °C for 24 h, the specimens were sectioned longitudinally in the mesio-distal and buccal-lingual directions across the bonded interface, using the low-speed diamond saw to obtain resin-dentin bonded sticks with a cross-sectional area of approximately 0.8 mm<sup>2</sup>, as measured with digital calipers (Digimatic Caliper, Mitutoyo; Tokyo, Japan). The number of sticks showing pretest failure (PTF) during specimen preparation was recorded for each tooth. The resin-dentin bonded sticks were distributed as follows: three and two resin-dentin bonded sticks from each tooth and from each experimental condition were evaluated respectively for NL and DC within adhesive/hybrid layers; the rest of the specimens were tested for  $\mu$ TBS testing (APPENDIX G).

#### Microtensile Bond Strength Testing

Resin-dentin bonded sticks were attached to a Geraldeli's jig <sup>23</sup> with cyanoacrylate adhesive and tested under tension (Kratos Dinamometros; Cotia, SP, Brazil) at 0.5 mm/min until failure. The  $\mu$ TBS values (MPa) were calculated by dividing the load at failure by the cross-sectional bonding area. The failure modes of the resin-dentin bonded sticks were classified as either cohesive ([C],

failure exclusively within the dentin or the resin composite) or adhesive/mixed ([A/M], failure at the resin-dentin interface or failure at the resin-dentin interface with partial cohesive failure of the neighboring substrates). This classification was performed under a stereomicroscope (Olympus SZ40; Tokyo, Japan) at 100x magnification. The number of specimens with PTF was low, and because of this, it was not included in the average (APPENDIX H).

#### Nanoleakage Evaluation

The resin-dentin bonded sticks were immersed in ammoniacal silver nitrate solution according to the protocol previously described by Tay et al. <sup>24</sup> The sticks were placed in the solution in the dark for 24 h, rinsed thoroughly in distilled water, and immersed in photodeveloping solution for 8 h under a fluorescent light to reduce silver ions to metallic silver grains within the spaces along the bonded interface. The specimens were polished with wet 600-, 1000-, 1200-, 1500-, 2000-, and 2500-grit SiC paper using a polishing cloth. They were then ultrasonically cleaned, air dried, mounted on stubs, and coated with carbon-gold (MED 010, Balzers Union; Balzers, Liechtenstein). Resin-dentin interfaces were analyzed using a field-emission scanning electron microscope operated in backscattered mode (VEGA 3 TESCAN, Shimadzu, Tokyo, Japan). Three images of each resin-dentin bonded stick were captured.<sup>25, 26</sup> The relative percentage of NL within the adhesive and hybrid layers in each specimen was measured in all images using Image J software (National Institutes of Health; Bethesda, MD, USA) (APPENDIX I).<sup>27</sup>

#### In Situ Degree of Conversion (in situ DC) Within Adhesive/Hybrid Layers

The resin-dentin bonded sticks were wet polished, ultrasonically cleaned, and positioned in a micro-Raman microscope (XploRA ONE, HORIBA Scientific; Piscataway, NJ, USA), which was first calibrated to zero and then to coefficient values using a silicon sample. The samples were analyzed using a 532-nm diode laser through a 100x air objective. The Raman signal was acquired with 600 lines/mm on a graft centered between 400 and 2000 cm<sup>-1</sup>. The employed parameters were 100 mW, spatial resolution 3  $\mu$ m, spectral resolution 1 cm<sup>-1</sup>, and

accumulation time 30 s with 5 co-additions. Spectra were obtained at the adhesive-dentin interface at three random sites per bonded stick, within the hybrid layer in the intertubular-infiltrated dentin. Post-processing of the spectra was performed using Opus Spectroscopy Software version 6.5. The average of the values was used for statistical analysis, and the spectra of the uncured adhesives were considered as references (APPENDIX J).

The ratio of the double-bond content of monomer to polymer in the adhesive was quantified by calculating the ratio derived from the aliphatic C=C (vinyl) absorption (1638 cm<sup>-1</sup>) to the aromatic C=C absorption (1608 cm<sup>-1</sup>) signals for both polymerized and unpolymerized samples (n=5). The DC was calculated according to the following formula:

In situ DC (%) =  $(1-[R_{cured}/R_{uncured}]) \times 100$ 

Where "*R*" is the ratio of aliphatic and aromatic peak intensities at 1639  $cm^{-1}$  and 1609  $cm^{-1}$  in cured and uncured adhesives, respectively.<sup>26</sup> In addition, the more intense peaks observed and the corresponding chemical bonds were recorded for all materials.

#### Statistical analysis

The mean values of the KHN test were subjected to three-way repeated measures ANOVA (adhesive vs. irradiance/exposure times vs. immersion in ethanol), with the measurements performed before and after immersion in ethanol as the repeated measure. In addition, the PCLD (%) data were evaluated by two-way ANOVA (adhesive vs. irradiance/exposure times).

The mean  $\mu$ TBS (MPa), NL (%), and DC (%) of all bonded sticks from the same tooth were averaged for statistical analyses, ensuring that the experimental unit in the study was the tooth. The number of specimens with PTF was low, and because of this, it was not included in the average. The  $\mu$ TBS, NL, and DC means for each group were obtained from the average of the eight teeth used per group. For the bonding properties, data were subjected to three-way ANOVA (adhesive strategy vs. adhesive vs. irradiance/exposure times). Finally, for all tests, Tukey's test with a level of significance of 5% was applied.

#### RESULTS

#### Knoop hardness test for polymer cross-linking density

The KHN and the estimation of the PCLD are shown in Table 2. Regarding the Knoop values, the cross-product interaction was not significant, as was the main factor adhesive (Table 2; p = 0.67 and p = 0.52, respectively). However, the primary factors of irradiance/exposure times and immersion in ethanol were considered statistically significant (Table 2; p = 0.001 and p = 0.0001, respectively). Higher KHN values were observed for the 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) groups, while lower KHN values were observed for 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) when compared to the other groups (Table 2; p = 0.001). The 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) group showed intermediate KHN values (Table 2; p = 0.001). In contrast, for all groups, a significant decrease in KHN was observed after ethanol immersion (Table 2; p = 0.0001).

However, a significant decrease in PCLD was observed after ethanol immersion in all groups (Table 2; p = 0.001), with a higher percentage of reduction observed in the 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) group. In contrast, a lower percentage of reduction in the PCLD was measured for the 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) groups. The 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) group showed intermediate PCLD reduction values (Table 2; p = 0.001).

#### Microtensile bond strength (µTBS)

The majority of the fracture pattern was adhesive and mixed failures (not shown data). Regarding the  $\mu$ TBS values, the cross-product interaction was not significant, as well as the main factor adhesive strategy (Table 3; *p* = 0.42 and *p* = 0.54, respectively). However, the primary factors, that is, adhesive and irradiance/exposure time, were considered statistically significant (Table 3; *p* = 0.01 and *p* = 0.002, respectively).

Higher  $\mu$ TBS values were observed for 3200\*5, while lower  $\mu$ TBS values were observed for 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) when compared to the other groups (Table 3; p = 0.002). Regarding the other groups, for CUQ, there was no significant difference between 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>). In

contrast, for SBU, 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) showed lower  $\mu$ TBS values when compared to 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) (Table 3; p = 0.002). Overall, SBU showed higher  $\mu$ TBS values when compared to CUQ (Table 3; p = 0.002).

#### Nanoleakage analysis (NL)

The cross-product interaction as well as the main factors of adhesive strategy and adhesive were not significant (Table 4; p = 0.62, p = 0.71, and p = 0.34, respectively). However, the primary factor of irradiance/exposure time was considered statistically significant (Table 4; p = 0.001). A significantly higher NL value was observed for the 3200\*10 group than in the other groups (Table 4 and Figure 1; p = 0.003). In addition, a closer view regarding the NL of the ER strategy values showed that significant and lower NL values were observed when 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) was compared to 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) (Table 4 and Figure 1; p = 0.003). Figure 1 showed the representative photomicrographs obtained for all experimental groups. Hand indicators exhibit the increase of silver nitrate infiltration for 3200\*10 groups.

#### Degree of conversion inside the hybrid layer measurements (DC)

Regarding the DC values, the cross-product interaction was not significant, in addition to the main factor adhesive strategy (Table 5; p = 0.63 and p = 0.26, respectively). However, the primary factors, that is, adhesive and irradiance/exposure time, were considered statistically significant (Table 5; p = 0.001 and p = 0.005, respectively).

Higher DC values were observed for 3200\*5, while lower DC values were observed for 3200\*10 ( $32 \text{ J/cm}^2$ ) when compared to the other groups (Table 5; p = 0.005). When 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 ( $14 \text{ J/cm}^2$ ) were compared, no significant difference was observed for DC. However, overall, SBU showed a majority of higher DC values when compared to those of CUQ (Table 5; p = 0.001).

#### DISCUSSION

Adhesive systems are considered resin-based materials and therefore require light-curing to achieve maximum mechanical properties.<sup>12</sup> However, only a few studies have been carried out to evaluate the effect of polymerization on improving the adhesive properties to dentin.<sup>11, 13-17</sup> It seems that, due to the non-opaque yellowish color aspects of the adhesive systems arising from the low amount of filler added,<sup>28</sup> dentists and manufacturers tend to neglect the polymerization time or the irradiance necessary to achieve the correct adhesive polymerization when applied to the cavity.<sup>12</sup> Some studies have reported that the exposure time recommended for dental adhesives is not adequate to obtain an optimal polymerization, even under in vitro conditions.<sup>11, 13-17</sup>

The polymerization reaction of adhesive systems requires a certain amount of quantum energy to activate the photoinitiator so that it can react with a co-initiator to produce free radicals.<sup>29, 30</sup> Therefore, the increase in the amount of quantum energy, through higher irradiance or by increasing the exposure times, leads to the formation of more free radicals, which initiates polymerization.<sup>29</sup> This may provide room for the formation of a high-molecular-weight cross-linked polymer.<sup>8, 13</sup> This better polymerization leads to a less permeable <sup>8, 11, 14</sup> and more resistant hybrid layer.<sup>13, 16</sup>

It was observed that an increase in irradiance (3200\*5) or exposure time (1400\*10) that result in very similar delivered energy (16 and 14 J/cm<sup>2</sup>), when compared to the 1400\*5 group, significantly improved the DC inside the hybrid layer along with the immediate microhardness (as an indirect measurement of the DC), in agreement with previous studies published with an older generation of adhesive systems.<sup>11, 13-17</sup> This could be attributed to a higher amount of quantum energy delivered when an increase of irradiance (3200\*5) or exposure time (1400\*10) was applied. The greater the amount of quantum energy, the better the polymer formed.<sup>12, 30</sup>

Despite all groups experiencing a considerably decreased percentage of PCLD after immersion in ethanol, a significantly higher percentage of PCLD was observed for the 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) group when compared to the 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) or 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) groups. The PCLD is considered an indirect test to measure a polymer network by softening.<sup>22, 31, 32</sup> This is accepted as an appropriate test, because highly cross-linked polymers are more resistant to degradation and solvent uptake, whereas linear polymers present more space and pathways for solvent molecules to diffuse within their structure.<sup>33</sup> When an inadequate curing time is applied, there is a risk of lower cohesion in the network due to less cross-linking and secondary forces.<sup>12</sup> Therefore, the results obtained in the 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) group could be attributed to a lower cross-linking density, due the insufficient energy delivered.

Another factor that cannot be ruled out is the increase in the temperature produced by the high-energy polywave light-curing units,<sup>18, 34-36</sup> maximized by an increase in irradiance (3200\*5 - 16 J/cm<sup>2</sup>) or by prolonged exposure time (1400\*10 - 14 J/cm<sup>2</sup>). Mouhat et al. <sup>34</sup> (2017) measured the superficial temperature of different radiant exposures. At 7 J/cm<sup>2</sup>, a radiant exposure similar to that obtained for the 1400\*5 group, the temperature values measured were around 39.6 °C. Otherwise, an increase of 3.2 to 4.1 °C was observed when radiant exposure ranged between and 14–15 J/cm<sup>2</sup>. These last radiant exposures are similar to those produced by the 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) groups.

In addition, the increase in temperature can be responsible for favoring the evaporation of solvents from the material,<sup>13</sup> as is known from the benefits of heat in the evaporation of solvents, mainly when using warm-air drying for solvent evaporation.<sup>37, 38</sup> Reis et al.,<sup>13</sup> 2010 based on thermogravimetric analysis, hypothesizes that the extra heat and energy produced by the increase in the light exposure could have favored the evaporation of solvent and water, but also increased the degree of conversion of the material,<sup>8, 13, 14, 16</sup> thereby reducing the amount of residual low molecular weight monomers and oligomers.

All of these together might be considered sufficient reasons for the higher resin–dentin bond strengths observed in the present investigation, when an increase in irradiance (3200\*5 - 16 J/cm<sup>2</sup>) or prolonged exposure time (1400\*10 - 14 J/cm<sup>2</sup>) was applied in comparison to the 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) group for both universal adhesives and adhesive strategies, leading the authors to reject all null hypotheses.

Despite a very close radiant exposure for the 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) and 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) groups, the former showed a higher DC value inside the

hybrid layer and a higher µTBS when compared to the latter. For both adhesives and adhesive strategies, the irradiance was more important for improving the adhesive properties than the increase in polymerization time. In other words, for both adhesive systems used, it seems that the higher irradiance led to an optimum rate of initiation that produced the highest quantum yield and, consequently, better mechanical properties. On the other hand, this may not be enough to form a highly cross-linked polymer, as both groups showed a similar percentage of PCLD. Future studies need to be conducted to confirm the present hypothesis.

However, the most unexpected result was obtained for the 3200\*10 group. All properties evaluated were negatively influenced by the higher radiant exposure used (32 J/cm<sup>2</sup>). It is known that during the photopolymerization of monomers, a significant increase in temperature occurs in a short exposure time, even in thin films such as adhesive systems, especially when ultrafast polymerization is used.<sup>39</sup> As a result, the molecular mobility increases, particularly in the gelation stage, thus lifting some of the migration restrictions of the reactive species, which are known to be primarily responsible for the premature ending of the polymerization.<sup>39</sup>

Independently of the radiant exposure, among high-power light-curing units, the Valo device produces the greatest increase of temperature <sup>18, 34-36</sup> which seems to directly affect the results of the 3200\*10 group. The use of radiant exposure at approximately 32 J/cm<sup>2</sup> significantly increased the superficial temperature to 48.2 °C, while an increase of 5 °C was seen for 14–16 J/cm<sup>2</sup> and 8.6 °C for 7 J/cm<sup>2</sup>, when compared with the superficial temperatures evaluated in the other groups of this study.<sup>34</sup> Thus, we speculate that this increase in temperature, due to the large amount of heat received in the 3200\*10 group, substantially impaired the adhesive system polymerization, leading to low KHN values and a greater reduction in the percentage of PCLD as well as low µTBS and higher NL values, leading to further rejection of all null hypotheses.

Moreover, the increased irradiance of the 3200\*10 group not only produced adhesive interfaces with a high number of potential failures, but the elevated temperature during polymerization may also result in the generation of heat within the tooth, pulp chamber, and surrounding tissues.<sup>18, 34-36</sup> For example, a higher temperature has been observed in the pulp chamber when an adhesive

was light-cured in comparison with light-curing of composite or base/liner materials.<sup>35, 40</sup> Therefore, when an adhesive is applied as the first layer in medium or deep cavities, during the light-curing procedure, the tooth should be air-cooled during the photocuring procedure, or an interval of 1–2 s should be included after every 5–10 s of light exposure, as indicated by Strassler and Price et al.,<sup>41</sup> 2014. It is worth mentioning that the manufacturer of Valo, did not recommend 10 s for light-curing any resin-based material when applied in a "plasma/turbo" mode.

In this study, two universal adhesive systems were tested, with SBU demonstrated to have higher values in terms of bond strength and DC values when compared to CUQ. The former is the only universal adhesive to be previously evaluated, which contains two functional monomers: 10-MDP (10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate) and methacrylate-modified polyalkenoic acid copopolymer <sup>42, 43</sup> which potentiate the chemical interaction of the SBU with the tooth structure.<sup>44</sup> In addition, the application procedures between both materials are different. CUQ is used without waiting for the adhesive to interact with the bonding substrate (the "no-waiting" concept).<sup>45</sup> This can influence the DC results, due to the low time for solvent evaporation, as well as observed in the present study, even with increasing radiant exposure (7 to 14–16 mW/cm<sup>2</sup>). However, the increase in the DC only affected the bond strength results, since no significant difference was observed in the NL or PCLD results when both adhesives were evaluated.

Finally, it is worth mentioning that, according to a review published by Cadenaro et al.,<sup>12</sup> 2019, the adequate polymerization of an adhesive has been clearly correlated with its stability. Therefore, future studies need to be conducted to evaluate the effectiveness of increasing the radiant exposure on the long-term bonding performance for universal bonding adhesives to dentin.

#### CONCLUSIONS

The use of higher irradiance (3200 mW/cm<sup>2</sup>) for only 5s showed better results in terms of mechanical and bonding properties for both universal adhesives to dentin, while prolonged exposure time (10s) at the higher irradiance (3200 mW/cm<sup>2</sup>) showed the worst results.

#### References

- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y & Peumans M (2020) From Buonocore's Pioneering Acid-Etch Technique to Self-Adhering Restoratives. A Status Perspective of Rapidly Advancing Dental Adhesive Technology J Adhes Dent 22(1) 7-34, 10.3290/j.jad.a43994.
- Rosa WL, Piva E & Silva AF (2015) Bond strength of universal adhesives: A systematic review and meta-analysis *J Dent* 43(7) 765-776, 10.1016/j.jdent.2015.04.003.
- Nagarkar S, Theis-Mahon N & Perdigao J (2019) Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* **107(6)** 2121-2131, 10.1002/jbm.b.34305.
- Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD & Bombarda NH (2013) Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine *J Dent* 41(5) 404-411, 10.1016/j.jdent.2013.03.001.
- Matos AB, Trevelin LT, Silva B, Francisconi-Dos-Rios LF, Siriani LK & Cardoso MV (2017) Bonding efficiency and durability: current possibilities *Braz Oral Res* **31(suppl 1)** e57, 10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0057.
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, De Munck J & Van Landuyt KL (2011) State of the art of self-etch adhesives *Dent Mater* 27(1) 17-28, 10.1016/j.dental.2010.10.023.
- Nunes TG, Ceballos L, Osorio R & Toledano M (2005) Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives *Biomaterials* 26(14) 1809-1817, 10.1016/j.biomaterials.2004.06.012.
- Cadenaro M, Breschi L, Antoniolli F, Navarra CO, Mazzoni A, Tay FR, Di Lenarda R & Pashley DH (2008) Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity *Dent Mater* **24(9)** 1194-1200, 10.1016/j.dental.2008.01.012.
- Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA & Pashley DH (1999) Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins *J Dent* 27(3) 209-214.
- Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, Lambrechts P & Van Meerbeek B (2005) Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture *Dent Mater* 21(11) 1051-1058, 10.1016/j.dental.2005.03.010.

- Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C, Biasotto M, Contardo L & Breschi L (2005) Degree of conversion and permeability of dental adhesives *Eur J Oral Sci* **113(6)** 525-530, 10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x.
- Cadenaro M, Maravic T, Comba A, Mazzoni A, Fanfoni L, Hilton T, Ferracane J & Breschi L (2019) The role of polymerization in adhesive dentistry *Dent Mater* 35(1) e1-e22, 10.1016/j.dental.2018.11.012.
- Reis A, Ferreira SQ, Costa TR, Klein-Junior CA, Meier MM & Loguercio AD (2010) Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin-dentin bonds and quality of the polymer network *Eur J Oral Sci* **118(5)** 502-509, 10.1111/j.1600-0722.2010.00759.x.
- Breschi L, Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, Tay FR & Di Lenarda R (2007) Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability *Dent Mater* 23(9) 1066-1072, 10.1016/j.dental.2006.06.040.
- Szesz A, Cuadros-Sanchez J, Hass V, da Cruz GK, Arrais CA, Reis A & Loguercio AD (2015) Influence of delivered radiant exposure values on bonding of fiber posts to root canals *J Adhes Dent* **17(2)** 181-188, 10.3290/j.jad.a34057.
- Hass V, Luque-Martinez I, Sabino NB, Loguercio AD & Reis A (2012) Prolonged exposure times of one-step self-etch adhesives on adhesive properties and durability of dentine bonds *J Dent* **40(12)** 1090-1102, 10.1016/j.jdent.2012.09.003.
- Bakhsh TA, Tagami J, Sadr A, Luong MN, Turkistani A, Almhimeed Y & Alshouibi E (2020) Effect of light irradiation condition on gap formation under polymeric dental restoration; OCT study *Zeitschrift für Medizinische Physik* 30(3) 194-200, https://doi.org/10.1016/j.zemedi.2020.02.001.
- Slack WE, Yancey EM, Lien W, Sheridan R, Phoenix R & Vandewalle K (2020) Effect of high-irradiance light curing on exposure times and pulpal temperature of adequately polymerized composite *Dent Mater J*, 10.4012/dmj.2019-236.
- 19. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G & Palin WM (2011) Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in

filled and unfilled photoactive resins *Dent Mater* **27(2)** 157-164, 10.1016/j.dental.2010.09.011.

- Hadis M, Leprince JG, Shortall AC, Devaux J, Leloup G & Palin WM (2011) High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resinbased materials *J Dent* 39(8) 549-557, 10.1016/j.jdent.2011.05.007.
- Oz AA, Oz AZ & Arici S (2016) In-vitro bond strengths and clinical failure rates of metal brackets bonded with different light-emitting diode units and curing times *Am J Orthod Dentofacial Orthop* **149(2)** 212-216, 10.1016/j.ajodo.2015.07.036.
- Wambier L, Malaquias T, Wambier DS, Patzlaff RT, Bauer J, Loguercio AD & Reis A (2014) Effects of prolonged light exposure times on water sorption, solubility and cross-linking density of simplified etch-and-rinse adhesives J Adhes Dent 16(3) 229-234, 10.3290/j.jad.a32034.
- Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR & Dutra HR (2002) In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives J Esthet Restor Dent 14(1) 31-38.
- 24. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM & Itthagarun A (2002) Single-step adhesives are permeable membranes *J Dent* **30(7-8)** 371-382.
- Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC & Loguercio AD (2007) A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage *Dent Mater* 23(7) 862-870, 10.1016/j.dental.2006.05.005.
- Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LA, Rodrigues Accorinte Mde L, Gomes OM, Loguercio AD & Reis A (2013) Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives *Dent Mater* **29(9)** 921-928, 10.1016/j.dental.2013.05.001.
- 27. Schneider CA, Rasband WS & Eliceiri KW (2012) NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis *Nat Methods* **9(7)** 671-675.
- 28. de Geus JL, Maran BM, Cunha KAC, Davila-Sanchez A, Tarden C, Barceleiro MO, Heintze SD, Reis A & Loguercio A (2020) Clinical performance of filled/ nanofilled versus nonfilled adhesive systems in noncarious cervical lesions: A systematic review and meta-analysis *Oper Dent* Epub ahead of print, 10.2341/19-252-L.

- Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG & Price RBT (2017) Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review *Braz Oral Res* 31(suppl 1) e61, 10.1590/1807-3107BOR-2017.vol31.0061.
- 30. Peutzfeldt A (1997) Resin composites in dentistry: the monomer systems *Eur J Oral Sci* **105(2)** 97-116, 10.1111/j.1600-0722.1997.tb00188.x.
- 31. Aguiar FH, Braceiro AT, Ambrosano GM & Lovadino JR (2005) Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media *Dent Mater* 21(12) 1098-1103, 10.1016/j.dental.2004.11.010.
- Froes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A & Loguercio AD (2010) Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties *Dent Mater* **26(9)** 908-914, 10.1016/j.dental.2010.03.023.
- Ferracane JL (2006) Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks *Dent Mater* 22(3) 211-222, 10.1016/j.dental.2005.05.005.
- Mouhat M, Mercer J, Stangvaltaite L & Ortengren U (2017) Light-curing units used in dentistry: factors associated with heat development-potential risk for patients *Clin Oral Investig* 21(5) 1687-1696, 10.1007/s00784-016-1962-5.
- 35. Andreatta LM, Furuse AY, Prakki A, Bombonatti JF & Mondelli RF (2016) Pulp Chamber Heating: An In Vitro Study Evaluating Different Light Sources and Resin Composite Layers *Braz Dent J* 27(6) 675-680, 10.1590/0103-6440201600328.
- 36. Armellin E, Bovesecchi G, Coppa P, Pasquantonio G & Cerroni L (2016) LED Curing Lights and Temperature Changes in Different Tooth Sites *Biomed Res Int* 2016 1894672, 10.1155/2016/1894672.
- Klein-Junior CA, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt-Neto R, Meier MM, Loguercio AD & Reis A (2008) Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths *J Dent* 36(8) 618-625, 10.1016/j.jdent.2008.04.014.
- Silva EMD, Penelas AG, Simmer FS, Paiva RV, Moreira ESVL & Poskus LT (2018) Can the use of a warm-air stream for solvent evaporation lead to a dangerous temperature increase during dentin hybridization? *J Adhes Dent* 20(4) 335-340, 10.3290/j.jad.a40990.

- Decker C & Decker D (1997) Photoinitiated radical polymerization of vinyl ether-maleate systems *Polymer* 38(9) 2229-2237, https://doi.org/10.1016/S0032-3861(96)00758-6.
- 40. Soares CJ, Ferreira MS, Bicalho AA, de Paula Rodrigues M, Braga S & Versluis A (2018) Effect of Light Activation of Pulp-Capping Materials and Resin Composite on Dentin Deformation and the Pulp Temperature Change Oper Dent 43(1) 71-80, 10.2341/16-325-L.
- Strassler HE & Price RB (2014) Understanding light curing, Part I. Delivering predictable and successful restorations *Dent Today* 33(5) 114, 116, 118 passim; quiz 121.
- 42. Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, Nakamura M, Minagi S, Osaka A, Suzuki K & Van Meerbeek B (2010) Nanocontrolled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction *Acta Biomater* 6(9) 3573-3582, 10.1016/j.actbio.2010.03.024.
- 43. Perdigao J, Sezinando A & Monteiro PC (2012) Laboratory bonding ability of a multi-purpose dentin adhesive *Am J Dent* **25(3)** 153-158.
- Ahmed MH, Yoshihara K, Mercelis B, Van Landuyt K, Peumans M & Van Meerbeek B (2020) Quick bonding using a universal adhesive *Clin Oral Investig* 24(8) 2837-2851, 10.1007/s00784-019-03149-8.
- Huang XQ, Pucci CR, Luo T, Breschi L, Pashley DH, Niu LN & Tay FR (2017) No-waiting dentine self-etch concept-Merit or hype *J Dent* 62 54-63, 10.1016/j.jdent.2017.05.007.


**Figure 1.** Photomicrographs obtained by backscattered SEM mode of all experimental groups. Independent of the adhesive system used, it is possible to observe a mild silver deposit at the resin-dentin interface for 1400\*10 and 3200\*5 groups (hand indicator). For both adhesive strategies and adhesive systems used, the 3200\*10 groups demonstrated a more pronounced silver nitrate infiltration (hand indicator). Rc, resin composite; AL, adhesive layer; HL, hybrid layer; De, dentin.

**Table 1.** Adhesive systems, batch number, composition, groups and application mode

Adhesive	Composition	Croupo	Appl	lication mode
number	Composition	Groups	Etch-and-rinse	Self-etch
Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) Kuraray/ CD0012	10-MDP, BisGMA, HEMA, hydrophilic amide resin monomers, colloidal silica, silane coupling agent, NaF, camphorquinone, ethanol, water	1400 mW/cm <sup>2</sup> for 5 s (1400*5 = 7 J/cm <sup>2</sup> ) 1400 mW/cm <sup>2</sup> for 10 s (1400*10 = 14	<ol> <li>Apply etchant for 15 s.</li> <li>Rinse thoroughly.</li> <li>Blot excess water;</li> <li>Apply adhesive as for the self-etch mode</li> <li>Apply etchant for 15 s.</li> </ol>	<ol> <li>Apply adhesive to the entire surface with a microbrush and rubbing. No waiting time is required.</li> <li>Dry by blowing mild air for 5 s until the adhesive did not move.</li> <li>Light cure according to experimental groups</li> </ol>
Scotchbond Universal (SBU) 3M Oral Care/638367	10-MDP, dimethacrylate resins, HEMA, methacrylate- modified polyalkenoic acid copolymer, nanofiller, ethanol, water, initiators, silane	J/cm <sup>2</sup> ) 3200 mW/cm <sup>2</sup> for 5 s (3200*5 = 16 J/cm <sup>2</sup> ) 3200 mW/cm <sup>2</sup> for 10 s (3200*10 = 32 J/cm <sup>2</sup> )	<ol> <li>2. Rinse thoroughly.</li> <li>3. Blot excess water.</li> <li>4. Apply adhesive as for the self-etch mode.</li> </ol>	<ol> <li>Applied the adhesive to the entire preparation and left undisturbed for 20 s.</li> <li>Direct a gentle stream of air over the liquid for about 5 s until it no longer moves and the solvent evaporates completely.</li> <li>Light cure according to experimental groups.</li> </ol>

\*10-MDP: 10-methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate; bis-GMA: bisphenol glycidyl methacrylate; HEMA: 2-hydroxyethyl methacrylate.

**Table 2**. Knoop hardness values (KHN ± standard deviation) as an estimation of polymer cross-linking density ( $\Delta$  %) after immersion in absolute ethanol for all experimental groups (\*)

Groups	CI	earfil L	Iniver	sal Bond	d Quick	(	Scotchbond Universal						
		<u>5 s</u>			10 s			5 s		10 s			
	Before	After	Δ (%)	Before	After	∆ (%)	Before	After	Δ (%)	Before	After	∆ (%)	
1400 mW/cm <sup>2</sup>	10.2 ± 0.5 b	5.4 ± 1.5 c	46 B	13.6 ± 1.2 a	8.8 ± 1.4 b	35.4 A	10.1 ± 1.7 b	6.2 ± 1.1 c	44 B	14.2 ± 1.4 a	9.3 ± 0.8 b	35 A	
3200 mW/cm <sup>2</sup>	13.3 ± 1.1 a	8.9 ± 1.2 b	33 A	8.2 ± 1.3 b	2.0 ± 0.6 d	75.1 C	13.7 ± 0.8 a	8.9 ± 1.4 b	35 A	6.4 ± 1.7c	1.7 ± 0.4d	73 C	

(\*) Different lower case letters indicate statistically different means in KHN (three-way repeated measured ANOVA and Tukey's test; p < 0.005); Different capital letters indicate statistically different means in estimation of polymer cross-linking density (two-way ANOVA and Tukey's test; p < 0.005)

	Clea	rfil Univers	sal Bond (	Quick	Scotchbond Universal					
Groups	Etch-&	&-rinse	Self-	-etch	Etch-&	&-rinse	Self-etch			
	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400 mW/cm <sup>2</sup>	33.62 ± 4.6 c,d	36.87 ± 3.9 c	31.82 ± 4.8 c,d	35.15 ± 3.9 c	36.44 ± 3.7 c	46.58 ± 4.5 b	35.39 ± 4.1 c	45.23 ± 4.0 b		
3200 mW/cm <sup>2</sup>	47.27 ± 4.5 b	25.83 ± 3.9 e	47.03 ± 3.9 b	23.24 ± 4.4 e	54.79 ± 4.5 a	31.80 ± 4.5 c,d	53.38 ± 3.3 a	27.39 ± 2.6 d,e		

**Table 3**. Means of microtensile bond strength values (MPa  $\pm$  standard deviation) for all experimental groups (\*)

(\*) Different letters indicate statistically different means (three-way ANOVA and Tukey's test; p < 0.005)

**Table 4.** Means of silver nitrate deposition (%  $\pm$  standard deviation) for all experimental groups (\*)

	Clea	rfil Univers	sal Bond (	Quick	Scotchbond Universal					
Groups	Etch-&	&-rinse	Self-	-etch	Etch-&	k-rinse	Self-etch			
	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400 mW/cm <sup>2</sup>	11.20 ± 1.9 b	8.23 ± 1.6 a	10.43 ± 1.9 a,b	7.35 ± 1.9 a	11.09 ± 1.8 b	6.31 ± 1.7 a	9.37 ± 1.7 a,b	5.26 ± 1.1 a		
3200	9.54 ±	16.38	7.27 ±	15.73	8.39 ±	15.33	6.11 ±	13.29		
mvv/cm <sup>2</sup>	1.8 a,b	± 1.6 C	1.6 a	± 1.5 C	1.6 a,b	± 1./ C	1.8 a	±1.9 C		

(\*) Different letters indicate statistically different means (three-way ANOVA and Tukey's test; p < 0.005)

	Clea	rfil Univers	sal Bond (	Quick	Scotchbond Universal					
Groups	Etch-&	&-rinse	Self-	-etch	Etch-&	&-rinse	Self-etch			
•	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400 mW/cm <sup>2</sup>	56.49 ± 1.0 c,d	60.34 ± 1.9 c	55.44 ± 1.8 c,d	59.89 ± 1.2 c	64.21 ± 1.8 b	65.14 ± 1.4 b	58.33 ± 1.7 c	59.22 ± 2.2 c		
3200	67.25	51.29	65.38	50.31	71,36	45.32	69.60	45.56		
mvv/cm <sup>2</sup>	± 1.0 b	± 1.3 d	± 1.4 b	± 1.7 d	± 1.0 a	± 1.3 e	± 1.3 a	± 1.1 e		

**Table 5**. Means of in situ degree of conversion values ( $\% \pm$  standard deviation) for all experimental groups

(\*) Different letters indicate statistically different means (three-way ANOVA and Tukey's test; p < 0.005)

CAPÍTULO 2

## 3 CAPÍTULO 2: artigo 2

A irradiancia e o tempo de exposição influenciam as propriedades adesivas de adesivos universais após dois anos de armazenamento?

# The irradiance and the exposure time influence the adhesives properties of universal adhesives after 2 years of water storage?

#### RESUMO

**Objetivo:** Avaliar se a irradiância e o tempo de exposição influencia a resistência de união (µTBS) e na nanoinfiltração (NL) de adesivos universais após dois anos de armazenamento. Materiais e Métodos: Cento e vinte e oito molares humanos foram distribuídos aleatoriamente para 16 grupos de acordo com as seguintes variáveis: sistema adesivo: Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) e Scotchbond Universal (SBU) vs. estratégias adesivas: (condicionamento total e autocondicionante) vs. Irradiância e tempo de exposição: (1400mW/cm<sup>2</sup> por 5s (1400\*5); 1400mW/cm<sup>2</sup> por 10s (1400\*10); 3200mW/cm<sup>2</sup> por 5s (3200\*5); 3200mW/cm<sup>2</sup> por 10s (3200\*10). Após a restauração, os espécimes produzidos do mesmo dente foram randomizados para serem testados após 24 horas ou após dois anos de armazenamento. Espécimes foram testados sob tensão a 0.5 mm/min até a falha para obter os valores de µTBS (MPa). Já 3 espécimes de resina-dentina por dente e por cada tempo de armazenamento, foram imersos em uma solução de nitrato de prata amoniacal em um ambiente escuro, e testados pelo teste de NL (%). Os dados do µTBS (MPa) e NL (%) foram submetidos à ANOVA 3-fatores e Teste de Tukey ( $\alpha$ =5%). **Resultados:** Em relação aos valores tanto de µTBS quanto de NL, a interação tripla do produto cruzado não foi significativa, assim como o principal fator estratégia adesiva para ambos os adesivos universais testados (p>0,34). No entanto, a interação dupla do produto cruzado irradiância/tempo de exposição Vs. tempo, bem como os fatores primários, ou seja, irradiância/tempo de exposição e tempo de

armazenamento, foram estatisticamente significativos para ambos os adesivos universais testados (p<0,0001, p<0,00001 e p<0,000001, respectivamente). Maiores valores de µTBS foram observados para 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) e 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) enquanto menores de µTBS foram observados para 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) e 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) para ambos os adesivos universais testados. Apesar da diminuição nos valores de µTBS e do aumento de NL, ambos significativos, para todos os grupos após 2 anos de armazenamento em água, 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) ainda apresentou os maiores valores de µTBS, e 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) e 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) apresentaram os menores de NL enguanto 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) apresentou menores valores de µTBS e os maiores de NL quando comparado aos outros grupos, para ambos os adesivos universais testados. Os grupos 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) e 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) apresentaram resultados intermediários para ambos os adesivos universais testados. Conclusão: Uma maior estabilidade da interface adesiva foi obtida quando uma irradiância mais alta (3200 mW/cm<sup>2</sup>) com um menor tempo de fotopolimerização foi utilizado. Já o tempo de exposição prolongado (10s) a uma irradiância mais alta (3200 mW/cm<sup>2</sup>) promoveu uma maior degradação da interface adesiva.

Palavras-chave: longevidade, resistencia adesiva, nanoinfiltração.

#### ABSTRACT

**Objective:** To evaluate whether irradiance and exposure time influence microtensile bond strength (µTBS) and nanoleakage (NL) of universal adhesives after two years of storage. **Materials and Methods:** One hundred and twenty-eight human molars were randomly assigned to 16 groups according to the following variables: adhesive system: Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) and Scotchbond Universal (SBU) vs. adhesive strategies: (etch-rinse and self-etch) vs. Irradiance and exposure time: (1400mW/cm2 for 5s (1400\*5); 1400mW/cm2 for 10s (1400\*10); 3200mW/cm2 for 5s (3200\*5); 3200mW/cm2 for 10s (3200\*10). After restoration, specimens produced from the same tooth were randomized to be tested either after 24 hours or after two years of storage.

Specimens were tested under tension at 0.5 mm/min to failure to obtain µTBS (MPa) values. In the other hand, 3 resin-dentin specimens per tooth and for each storage time were immersed in an ammoniacal silver nitrate solution in a dark environment, and tested by the NL test (%), µTBS (MPa) and NL (%) data were submitted to 3-way ANOVA and Tukey's Test ( $\alpha$ =5%). **Results:** Regarding the values of both µTBS and NL, the triple interaction of the cross product was not significant, as well as the main factor adhesive strategy for both universal (p>0.34). However, adhesives tested the dual interaction of the irradiance/exposure time Vs. time, as well as the primary factors, that is to say, the irradiance/exposure time and storage time, were statistically significant for both universal adhesives tested (p<0.0001, p<0.00001 and p<0.000001, respectively). Higher µTBS values were observed for 3200\*5 (16 J/cm2) and 1400\*10 (14 J/cm2) while smaller µTBS values were observed for 3200\*10 (32 J/cm2) and 1400\*5 (7 J/cm2). cm2) for both universal adhesives tested. Despite the decrease in µTBS values and the increase in NL, both significant, for all groups after 2 years of storage in water, 3200\*5 (16 J/cm2) still showed the highest µTBS values, and 1400\*10 (14 J/cm2) and 3200\*5 (16 J/cm2) showed the lowest NL values while 3200\*10 (32 J/cm2) showed the lowest µTBS values and the highest NL values when compared to the other groups, for both universal adhesives tested. The 1400\*5 (7 J/cm2) and 1400\*10 (14 J/cm2) groups showed intermediate results for both tested universal adhesives. Conclusion: A greater stability of the adhesive interface was obtained when a higher irradiance (3200 mW/cm2) with a shorter light-curing time was used. In the other hand, longer exposure time (10s) to a higher irradiance (3200 mW/cm2) promoted greater degradation of the adhesive interface.

Keywords: longevity, microtensile bond strength, nanoleakage.

#### 1 INTRODUÇÃO

O interesse por sistemas adesivos mais simplificados e menos sensíveis à técnica levou ao desenvolvimento de materiais mais versáteis e amigáveis. Atualmente, os sistemas adesivos podem ser classificados em duas categorias básicas: estratégia de condicionamento total (ER) ou estratégia de autocondicionamento (SE). No entanto, essa demanda incitou os fabricantes a desenvolverem os mais novos adesivos "universais" ou "multi-modo de aplicação", que oferecem aos dentistas a opção de selecionar a estratégia de adesão ER ou SE ou uma estratégia alternativa de condicionamento seletivo do esmalte, que é a combinação de ER no esmalte e SE em dentina.<sup>24,25,34,43</sup>

No entanto, apesar das enormes melhorias feitas nos sistemas adesivos, a estabilidade e durabilidade da interface dentina-adesivo gerada pelos adesivos universais ainda continua sendo questionada.<sup>22,44</sup> Uma das maiores preocupações destes sistemas adesivos está relacionado com o aumento da nanoinfiltração após um certo período de envelhecimento,<sup>26</sup> levando assim a uma durabilidade limitada da interface adesiva.<sup>8</sup>

Um outro problema está relacionado com o tempo de polimerização dos sistemas adesivos.<sup>28</sup> Embora alguns estudos tenham demonstrado um bom desempenho dos adesivos quando 0 tempo de exposição é prolongado,<sup>6,7,9,19,32,41</sup> isso vai de encontro com o processo de simplificação e a redução do tempo clínico. Assim, Aparelhos de fotopolimerização capazes de atingir mais de 3000 mW/cm<sup>2</sup> foram lançados com o intuito de permitir tempos de polimerização mais curtos e obter uma polimerização ideal dos materiais restauradores.17

De fato, os fabricantes destes aparelhos baseiam o processo de polimerização na lei de reciprocidade<sup>5,38</sup> e sugerem que o uso de um aparelho fotopolimerizador que emite alta irradiância poderia reduzir o tempo de exposição. No entanto, apesar de ser uma possível solução para obter uma adequada adesão em um curto período, os fabricantes dos adesivos indicam um único tempo de exposição, independentemente do tipo de adesivo, cor ou distância da ponta fotopolimerizadora, sem recomendar tempos específicos de exposição.

Embora Cardenas et al.<sup>10</sup> demonstraram que um prologando tempo de exposição, associado a uma alta irradiância pode ser prejudicial para o

desempenho adequado de sistemas adesivos universais, até o presente momento não há nenhum estudo que avalie o efeito de diferentes tempos de exposição nas propriedades adesivas de adesivos universais após dois anos de armazenamento. Por tanto o objetivo do presente estudo é avaliar o efeito do tempo de exposição e irradiância nas propriedades adesivas de sistemas adesivos universais após dois anos de armazenamento. A hipóteses nula testada é que a irradiância e o tempo de exposição não afeta a resistência de união e nanoinfiltração imediatamente ou após dois anos de armazenamento.

#### 2 MATERIAIS E MÉTODOS

#### 2.1 Seleção e Preparo dos Dentes

Cento e vinte e oito molares de humanos, extraídos e sem cáries, foram utilizados. Os dentes foram coletados após a obtenção do consentimento dos pacientes. O comitê de ética da universidade local aprovou este estudo através do protocolo #3.542.383. Os dentes foram desinfetados em cloramina 0.5%, guardados em água destilada, e usados dentro do período de 6 meses após a extração. Todas as superfícies oclusais de todos os dentes foram seccionados paralelamente à superfície oclusal usando um disco de corte diamantado de baixa rotação (Isomet, Buehler; Lake Bluff, IL, USA) sob refrigeração com água para expor a dentina médio-coronal, seguido da padronização do *smear layer* lixando a superfície de dentina com lixa de carbeto de silício #600 (SiC), sob água corrente por 60 s.

#### 2.2 Cálculo amostral

O desfecho principal que foi tomado em consideração para o presente estudo foi a resistência de união da dentina. Os valores médios de resistência de união dos adesivos universais aplicados à dentina foram considerados no cálculo do tamanho da amostra.<sup>21,25</sup> De acordo com a

literatura anterior, a média de resistência de união (± desvio padrão) de um adesivo universal avaliado foi de 37 ± 4,0 Mpa.<sup>21,25,44</sup> Para detectar uma diferença de 6 Mpa entre os grupos testados, utilizando  $\alpha$  = 0,05, poder de 80% e teste bilateral, o tamanho amostral mínimo estimado foi de 8 dentes em cada grupo.

#### 2.3 Desenho experimental

Os dentes foram, então, aleatoriamente divididos em 16 grupos (n = 16 espécimes) e baseados na combinação das variáveis: 1. *Adesivo*: CUQ e SBU; 2. *Estratégias adesivas:* condicionamento total (ER) e autocondicionante (SE); 3. *Irradiância/Tempo de exposição*: 1400 mW/cm<sup>2</sup> por 5 s (7 J/cm<sup>2</sup>), 1400 mW/cm<sup>2</sup> por 10 s (14 J/cm<sup>2</sup>), e 3200 mW/cm<sup>2</sup> por 5 s (16 J/cm<sup>2</sup>), e 3200 mW/cm<sup>2</sup> por 10 s (32 J/cm<sup>2</sup>). Os espécimes produzidos do mesmo dente foram randomizados para serem testados após 24 horas ou após dois anos de armazenamento, em água destilada à 37 °C. A composição, modo de aplicação, longevidade e número do lote estão listados na Tabela 1.

#### 2.4 Procedimentos restauradores

Para o presente estudo, um aparelho de fotopolimerização LED (Valo Ultradent Products, Salt Lake City, UT, USA) foi utilizado com uma irradiância de 1400 mW/cm<sup>2</sup> ou 3200 mW/cm<sup>2</sup> por 5 ou 10 segundos, resultando em diferentes níveis de energia entregues (7 – 32 J/cm<sup>2</sup>). Estes valores foram determinados usando espectroradiômetro laboratorial (USB 2000, Ocean Optics, Dunedin, FL, USA) previamente calibrado utilizando uma fonte luminosa rastreável NIST e conectada à esfera integrada de 6" (Labsphere, North Sutton, NH, USA).

Para a estratégia ER, gel de ácido fosfórico a 37% (Condac, FGM Dental Products; Joinville, SC, Brazil) foi aplicado às superfícies da dentina por 15 s, seguidos de lavagem com água por 30 s e secagem com ar por 5 s. Para a estratégia SE, a dentina não foi condicionada com ácido fosfórico (APÊNDICES K e L). Para ambas as estratégias, os adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante, e fotopolimerizados de acordo com cada Irradiância/Tempo de exposição. Para atingir os tempos de exposição quando o aparelho fotopolimerizador Valo estava em modo de alta irradiância, a configuração do tempo foi definida para 5s: (3s + 2s); e para 10s (3s × 3s +1s), com o aparelho sendo ativo de forma seguida.

Restaurações em resina composta (Opallis; FGM, Joinville, Brasil) foram, então, construídas em incrementos (três incrementos de 1.5-mm) e cada incremento foi fotopolimerizado por 40 s cada um, utilizando a mesma unidade fotopolimerizadora de LED (Valo Ultradent Products) a 1000 mW/cm<sup>2</sup> (40 J/cm<sup>2</sup>). Um único operador realizou todos os procedimentos de adesão.

Após armazenamento em água destilada a 37 °C por 24 h, os espécimes foram seccionados longitudinalmente nas direções mesio-distal e vestíbulo-lingual através da interface adesiva, usando o disco de corte diamantado de baixa velocidade para obter palitos de resina-dentina colados com uma área transversal de aproximadamente 0,8 ± 2,0 mm<sup>2</sup>, medidos com ajuda de um paquímetro digital (Digimatic Caliper, Mitutoyo; Tokyo, Japan). O número de palitos que apresentaram falhas prematuras (FP) durante a preparação do espécime foi anotado para cada dente. Os palitos de resina-dentina foram distribuídos para os diferentes testes de acordo com: três espécimes de resina-dentina de cada dente e de cada condição experimental foram testados após 24 horas ou 2 anos de armazenamento para nanoinfiltração (NL). O restante dos espécimes foi testado para resistência de união (µTBS) após 24 horas ou 2 anos de armazenamento. A água foi trocada mensalmente.

#### 2.5 Teste de Resistência de União por microtração (µTBS)

Após 24 horas ou 2 anos de armazenamento, espécimes de resinadentina foram colados a um dispositivo para microtração "Geraldeli"<sup>15</sup> com cianoacrilato em gel e testados sob tensão (Kratos Dinamometros; Cotia, SP, Brazil) a 0.5 mm/min até a falha. Os valores de µTBS (Mpa) foram calculados dividindo a carga total da falha pela área de secção transversal de cada espécime. Os tipos de falha dos palitos de resina-dentina foram classificados como coesivas ([C], falha exclusivamente dentro da dentina ou da resina composta) ou adesivo/misto ([A/M], falha na interface de resina-dentina com falha parcial coesiva dos substratos vizinhos). Esta classificação foi realizada com ajuda de um estereomicroscópio (Olympus SZ40; Tokyo, Japão) em um aumento de 100x. Para realizar a análise estatística, amostras com falhas prematuras (PF) não foram incluídas na média (APÊNDICE M).<sup>27,45</sup>

#### 2.6 Avaliação de Nanoinfiltração (NL)

Três espécimes de resina-dentina por dente e de cada tempo de armazenamento, foram imersos em uma solução de nitrato de prata amoniacal em um ambiente escuro, por 24h, de acordo com o protocolo previamente descrito por Tay et al.<sup>42</sup> Em seguida, os palitos foram lavados rigorosamente com água destilada e imersos em solução reveladora por 8 h, sob luz fluorescente para reduzir os íons de prata a grãos metálicos de prata dentro dos espaços ao longo da interface adesiva. Após isto, os espécimes foram polidos com lixa de carbeto de silício de granulação #600-, 1000-, 1200-, 1500-, 2000-, 2500. Eles foram, então, limpos ultrassonicamente, secados com ar, montados em "stubs" metálicos e revestidos com uma camada de liga de carbono-ouro (MED 010, Balzers Union; Balzers, Liechtenstein). Todas as interfaces de resina-dentina foram analisadas utilizando um microscópio eletrônico de varredura por campo de emissão operado em modo de retroespalhado (veja 3 TESCAN, Shimadzu, Tokyo, Japão) e 3 imagens de cada espécime de resina-dentina foram capturadas.<sup>27,42</sup> A porcentagem relativa de NL dentro da camada hibrida em cada espécime foi medida em todas as imagens utilizando o software Image J (Instituto Nacional de Saúde; Bethesda, MD, Estados Unidos) (APÊNDICE N).33

#### Análise estatística

A média de µTBs (MPa) e NL (%) de todos os palitos de resina-dentina do mesmo semi-dente (fator tempo) foram calculados para análises estatísticas, garantindo que a unidade experimental no estudo foi o dente. O número de espécimes com FP foi baixo (Tabela 2), e por isso não foi incluído na média. As médias de µTBS e NL para cada grupo foram obtidas a partir da média dos oito hemi-dentes utilizados por grupo. Os dados obtidos foram submetidos a ANOVA medida repetida de três fatores (estratégia adesiva Vs. irradiância/tempos de exposição Vs. tempo de armazenamento). A medida repetida foi o tempo de armazenamento do fator. Por fim, para todos os testes, foi aplicado o teste de Tukey com nível de significância de 5%.

#### RESULTADOS

#### Resistência de União (µTBs)

O padrão de fratura mais observado foram falhas de tipo adesiva e falhas mistas (Tabela 2). Em relação aos valores de  $\mu$ TBS, a interação tripla do produto cruzado não foi significativa, assim como o principal fator estratégia adesiva para ambos os adesivos universais testados (p>0,34). No entanto, a interação dupla do produto cruzado irradiância/tempo de exposição Vs. tempo, bem como os fatores primários, ou seja, irradiância/tempo de exposição e tempo de armazenamento, foram considerados estatisticamente significativos para ambos os adesivos universais testados (p<0,0001, p<0,00001 e p<0,00001, respectivamente) (Tabela 3 e 4).

Maiores valores de  $\mu$ TBS foram observados para 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) e 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) enquanto menores valores de  $\mu$ TBS foram observados para 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) e 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) para ambos os adesivos universais testados (Tabelas 3 e 4). Apesar da diminuição significativa nos valores de  $\mu$ TBS para todos os grupos, após 2 anos de armazenamento em água, 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) ainda apresentou os maiores valores de  $\mu$ TBS, enquanto 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) apresentou os menores valores de  $\mu$ TBS para ambos os adesivos universais testados. Os grupos 1400\*5 (7 J/cm<sup>2</sup>) e 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) apresentaram resultados intermediários para ambos os adesivos universais testados (Tabelas 3 e 4). Nenhuma diferença significativa foi observada quando a estratégia adesiva foi comparada levando em consideração quando a mesma irradiância/tempos de exposição e tempo de armazenamento para ambos os adesivos universais testados (p>0,32).

#### Nanoinfiltração (NL)

A interação do produto triplo cruzado não foi significativa, assim como o fator principal estratégia adesiva para ambos os adesivos universais testados (p > 0,34). No entanto, a interação dupla do produto cruzado irradiância/tempo de exposição Vs. tempo, bem como os fatores primários, ou seja, irradiância/tempo de exposição e tempo de armazenamento, foram considerados estatisticamente significativos para ambos os adesivos universais testados (p<0,001, p<0,001 e p<0,0001, respectivamente; Tabelas 5 e 6). Valor de NL significativamente maior foi observado para o grupo 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) do que nos outros grupos para ambos os adesivos universais testados (Tabelas 5 e 6 e Figura 1). Apesar de aumento significativo nos valores de NL para todos os grupos, após 2 anos de armazenamento em água, 3200\*10 (32 J/cm<sup>2</sup>) ainda apresentou os maiores valores de NL quando comparado aos outros grupos (Tabelas 5 e 6 e Figura 1). No entanto, após 2 anos de armazenamento em água, 1400\*10 (14 J/cm<sup>2</sup>) e 3200\*5 (16 J/cm<sup>2</sup>) apresentou os menores valores de NL quando comparado aos outros grupos (Tabelas 5 e 6 e Figura 1). Nenhuma diferença significativa foi observada guando a estratégia adesiva foi comparada levando em consideração quando a mesma irradiância/tempos de exposição e tempo de armazenamento para ambos os adesivos universais testados (p > 0,32). A Figura 1 mostra as fotomicrografias representativas obtidas para todos os grupos experimentais. Os indicadores exibem o aumento da infiltração de nitrato de prata para o grupo 3200\*10. Além disso, os indicadores mostraram menor infiltração de nitrato de prata para o grupo 1400\*10 e 3200\*5 quando comparado aos outros grupos após 2 anos de armazenamento em água.

#### DISCUSSÃO

O processo de fotopolimerização é importante para todos os materiais resinosos, especialmente pensando na possibilidade de atingir excelentes propriedades mecânicas. De fato, alguns estudos anteriores relataram que falhas na interface adesiva podem ser decorrentes da falha no processo de polimerização.<sup>28</sup> e este tema vem se tornando preocupante especialmente

porque o tempo de exposição recomendado pelos fabricantes dos sistemas adesivos não é o adequado para obter uma polimerização efetiva.<sup>6,7,9,19,32,41</sup>

Uma outra característica envolvida no processo adequado de polimerização dos adesivos está relacionada com a quantidade de energia quântica para ativar o fotoiniciador (Canforoquinona) para que ele então reaja com o co-iniciador e comece a produzir radicais livres.<sup>16,36</sup> Portanto, o aumento na quantidade de energia quântica através de irradiância mais alta ou pelo aumento do tempo de exposição, leva à formação de mais radicais livres, o que inicia a polimerização.<sup>16</sup> Isto pode dar espaço para a formação de um polímero reticulado de alto peso molecular,<sup>9,14</sup> e consequentemente, essa melhor polimerização leva a formação de uma camada híbrida mais resistente e menos permeável.<sup>9,14,19,32,41</sup>

De fato, foi observado por Cardenas et al.<sup>10</sup> um aumento significativo do grau de conversão dentro da camada híbrida quando houve um aumento da irradiância (3200\*5) ou do tempo de exposição (1400\*10) que resulta em uma energia entregue muito similar (16 e 14 J/cm<sup>2</sup>). No presente trabalho, os grupos (3200\*5) e (1400\*10) apresentaram maiores valores de µTBs e menores valores de NL, mesmo após dois anos de armazenamento. Estas características estão relacionadas a uma quantidade maior de energia quântica entregue quando é aplicado um aumento de irradiância (3200\*5) ou do tempo de exposição (1400\*10), induzindo a formação de um polímero mais reticulado.<sup>28,36</sup> Por tanto, um polímero mais reticulado e bem estruturado proporciona uma melhor estabilidade da interface adesiva ao longo do tempo.<sup>6,9,32</sup> Embora os grupos (3200\*5) e (1400\*10) tenham apresentado os melhores resultados, não foram estatisticamente semelhantes, nós hipostenizamos que na longevidade, a diferença de 2 J/cm<sup>2</sup> absorvida pelo grupo (3200\*5) foi determinante para conservar os melhores valores e promover uma melhor estabilidade da interface.

Por outro lado, um fator importante que pode afetar o processo de reticulação de um polímero é o aumento da temperatura produzido pelos fotopolimerizadores de alta potência "polywave".<sup>1,17,31,35</sup> Embora o aumento da temperatura possa favorecer a evaporação de solventes e água do material,<sup>9</sup> aumentado o grau de conversão,<sup>9,14,32,41</sup> e reduzindo a quantidade de

monômeros e oligômeros residuais de baixo peso molecular, um aumento excessivo pode acarretar resultados contraditórios. Cardenas et al.<sup>10</sup> demostraram que o aumento da irradiância e do tempo de exposição prolongado (3200\*10 – 32 J/cm<sup>2</sup>) diminuiu as propriedades adesivas e mecânicas de diferentes sistemas adesivos universais.

É conhecido que, durante a fotopolimerização de monômeros, um aumento significativo da temperatura ocorre em um curto período de tempo, especialmente guando polimerização ultrarrápida é utilizada.<sup>13</sup> Como resultado, a mobilidade molecular aumenta, particularmente no estágio de gelificação, levantando, assim, algumas das restrições de migração de moléculas reativas, que são conhecidas por serem primariamente responsáveis pela finalização prematura do processo de polimerização.<sup>13</sup> Assim, a alta temperatura superficial (48.2 °C)<sup>35</sup> associada a uma alta irradiância (32 J/cm<sup>2</sup>) levou a uma taxa de acelerada. produzindo um menor rendimento iniciação quântico e, consequentemente, uma diminuição da resistência de união imediatamente e após dois anos de armazenamento.

Por outro lado, considerando a mesma irradiância/tempos de exposição, uma diminuição significativa nos valores de µTBS e aumento da nanoinfiltração para ambos os adesivos universais testados foi observada após dois anos de armazenamento em todos os grupos. Os sistemas adesivos são compostos por monômeros hidrofóbicos e hidrofílicos tais como uretano, hidroxila, fosfatos, éster e grupos carboxila,<sup>12</sup> que são mais suscetíveis a hidrólise no meio oral,<sup>23</sup> devido a absorção de água na camada adesiva que pode se comportar como uma membrana permeável.<sup>3,4,20</sup> Assim, difusão de água através dos polímeros pouco reticulados leva à formação de canais na camada adesiva,<sup>11,37</sup> nos quais a água é capaz de fluir mais livremente, causando uma rápida degradação dos monômeros hidrofóbicos presentes na interfase adesiva e potencialmente romper as ligações éster dos monômeros de metacrilato.<sup>39,40</sup>

Adicionalmente a plastificação da camada híbrida induzida pela água pode aumentar ainda mais a penetração de ésteres salivares, acelerando o processo hidrolítico,<sup>46</sup> que é considerado uma das principais razões para falha da camada híbrida ao longo do tempo.<sup>2,4,30,46</sup>

Por outro lado, os resultados deste estudo não demonstraram diferença significativa entre as estratégias ER e SE, independentemente da irradiância/tempos de exposição e do adesivo usado. Esses resultados estão de acordo e foram consistentes com o conceito universal por trás dos adesivos<sup>18,22,25</sup> uma vez que, os adesivos universais foram desenvolvidos para simplificar ambas as estratégias adesivas existentes (adesivos SE de um passo e adesivos ER de dois passos), permitindo a aplicação de cada estratégia de acordo com a preferência ou demanda clínica do clínico.<sup>29,43</sup>

Embora o aumento da irradiância ou um prolongado tempo de exposição tenham melhorado a estabilidade da interface adesiva, os resultados desta pesquisa in vitro devem ser analisados com cautela e outros ensaios in vitro e clínicos avaliando outros sistemas adesivos precisam ser conduzidos para auxiliar nas tomadas de decisões clínicas.

#### CONCLUSÕES

Uma maior estabilidade da interface adesiva foi obtida quando uma irradiância mais alta (3200 mW/cm<sup>2</sup>) com um menor tempo (5s) de fotopolimerização foi utilizado. Já o tempo de exposição prolongado (10s) a uma irradiância mais alta (3200 mW/cm<sup>2</sup>) promoveu uma maior degradação da interface adesiva.

#### REFERÊNCIAS

- Aguiar FH, Braceiro AT, Ambrosano GM, Lovadino JR. Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerized with different modes and immersed in ethanol or distilled water media. Dent Mater 2005;21:1098-1103.
- Ahmed MH, Yoshihara K, Mercelis B, Van Landuyt K, Peumans M, Van Meerbeek B. Quick bonding using a universal adhesive. Clin Oral Investig 2020;24:2837-2851.

- Andreatta LM, Furuse AY, Prakki A, Bombonatti JF, Mondelli RF. Pulp chamber heating: an in vitro study evaluating different light sources and resin composite layers. Braz Dent J 2016;27:675-680.
- Armellin E, Bovesecchi G, Coppa P, Pasquantonio G, Cerroni L. LED curing lights and temperature changes in different tooth sites. Biomed Res Int 2016;2016:1894672.
- Bakhsh TA, Tagami J, Sadr A, Luong MN, Turkistani A, Almhimeed Y et al. Effect of light irradiation condition on gap formation under polymeric dental restoration; OCT study. Z Med Phys 2020;30:194-200.
- Breschi L, Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, et al. Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. Dent Mater 2007;23:1066-1072.
- Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Tay FR, Di Lenarda R, Prati C et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. Eur J Oral Sci 2005;113:525-530.
- Cadenaro M, Breschi L, Antoniolli F, Navarra CO, Mazzoni A, Tay FR et al. Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. Dent Mater 2008;24:1194-1200.
- 9. Cadenaro M, Maravic T, Comba A, Mazzoni A, Fanfoni L, Hilton T et al. The role of polymerization in adhesive dentistry. Dent Mater 2019;35:e1-e22.
- Cardenas A, Siqueira F, Nuñez A, Nonato RF, Cavalcanti K, Soares CJ, et al. Influence of irradiance and exposure times on the mechanical and adhesive properties of universal adhesives with dentin. Oper Dent. 2022;47:412-24.
- 11. Decker C, Decker D. Photoinitiated radical polymerization of vinyl ethermaleate systems. Polymer 1997;38:2229-2237.
- 12. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. Dent Mater 2006;22:211-222.
- Froes-Salgado NR, Silva LM, Kawano Y, Francci C, Reis A, Loguercio AD. Composite pre-heating: effects on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties. Dent Mater 2010;26:908-914.

- Geus JL, Maran BM, Cunha KAC, Davila-Sanchez A, Tarden C, Barceleiro MO, et al. Clinical performance of filled/ nanofilled versus nonfilled adhesive systems in noncarious cervical lesions: a systematic review and metaanalysis. Oper Dent 2021;46:E34-E59.
- Hadis M, Leprince JG, Shortall AC, Devaux J, Leloup G, Palin WM. High irradiance curing and anomalies of exposure reciprocity law in resin-based materials. J Dent 2011;39:549-557.
- Hass V, Dobrovolski M, Zander-Grande C, Martins GC, Gordillo LA, Rodrigues Accorinte Mde L, et al. Correlation between degree of conversion, resin-dentin bond strength and nanoleakage of simplified etch-and-rinse adhesives. Dent Mater 2013;29:921-928.
- Hass V, Luque-Martinez I, Sabino NB, Loguercio AD, Reis A. Prolonged exposure times of one-step self-etch adhesives on adhesive properties and durability of dentine bonds. J Dent 2012;40:1090-1102.
- Huang XQ, Pucci CR, Luo T, Breschi L, Pashley DH, Niu LN, et al. No-waiting dentine self-etch concept-Merit or hype. J Dent 2017;62:54-63.
- Ikeda T, De Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, et al. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primeradhesive mixture. Dent Mater 2005;21:1051-1058.
- Klein-Junior CA, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt-Neto R, et al. Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin bond strengths. J Dent 2008;36:618-625.
- 21. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. Dent Mater 2011;27:157-164.
- Matos AB, Trevelin LT, Silva B, Francisconi-Dos-Rios LF, Siriani LK, Cardoso MV. Bonding efficiency and durability: current possibilities. Braz Oral Res 2017;31:3-22.
- Mouhat M, Mercer J, Stangvaltaite L, Ortengren U. Light-curing units used in dentistry: factors associated with heat development-potential risk for patients. Clin Oral Investig 2017;21:1687-1696.

- 24. Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. J Dent 2013;41:404-411.
- Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigao J. Universal dental adhesives: current status, laboratory testing, and clinical performance J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2019;107:2121-2131.
- Nunes TG, Ceballos L, Osorio R, Toledano M. Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. Biomaterials 2005;26:1809-1817.
- Oz AA, Oz AZ, Arici S. In-vitro bond strengths and clinical failure rates of metal brackets bonded with different light-emitting diode units and curing times. Am J Orthod Dentofacial Orthop 2016;149:212-216.
- Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. J Dent 1999;27:209-214.
- 29. Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. J Esthet Restor Dent 2002;14:31-38.
- 30. Perdigao J, Sezinando A, Monteiro PC. Laboratory bonding ability of a multipurpose dentin adhesive. Am J Dent 2012;25:153-158.
- Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci 1997;105:97-116.
- 32. Reis A, Ferreira SQ, Costa TR, Klein-Junior CA, Meier MM, Loguercio AD. Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin-dentin bonds and quality of the polymer network. Eur J Oral Sci 2010;118:502-509.
- Reis A, Grande RH, Oliveira GM, Lopes GC, Loguercio AD. A 2-year evaluation of moisture on microtensile bond strength and nanoleakage. Dent Mater 2007;23:862-870.
- Rosa WL, Piva E, Silva A. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. J Dent 2015;43:765-776.

- 35. Rueggeberg FA, Giannini M, Arrais CAG, Price RBT. Light curing in dentistry and clinical implications: a literature review. Braz Oral Res 2017;31:64-91.
- Schneider CA, Rasband WS, Eliceiri KW. NIH Image to ImageJ: 25 years of image analysis. Nat Methods 2012;9:671-675.
- Silva EMD, Penelas AG, Simmer FS, Paiva RV, Moreira ESVL, Poskus LT. Can the use of a warm-air stream for solvent evaporation lead to a dangerous temperature increase during dentin hybridization? J Adhes Dent 2018;20:335-340.
- Slack WE, Yancey EM, Lien W, Sheridan R, Phoenix R, Vandewalle K. Effect of high-irradiance light curing on exposure times and pulpal temperature of adequately polymerized composite. Dent Mater J 2020;39:976-983.
- Soares CJ, Ferreira MS, Bicalho AA, Paula Rodrigues M, Braga S, Versluis A. Effect of light activation of pulp-capping materials and resin composite on dentin deformation and the pulp temperature change. Oper Dent 2018;43:71-80.
- 40. Strassler HE, Price RB. Understanding light curing, Part I. Delivering predictable and successful restorations. Dent Today 2014;33:114-118.
- 41. Szesz A, Cuadros-Sanchez J, Hass V, da Cruz GK, Arrais CA, Reis A et al. Influence of delivered radiant exposure values on bonding of fiber posts to root canals. J Adhes Dent 2015;17:181-188.
- 42. Tay FR, Pashley DH, Suh BI, Carvalho RM, Itthagarun A. Single-step adhesives are permeable membranes J Dent 2002;30:371-382.
- 43. Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From buonocore's pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives: a status perspective of rapidly advancing dental adhesive technology. J Adhes Dent 2020;22:7-34.
- 44. 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;27:17-28.
- 45. Wambier L, Malaquias T, Wambier DS, Patzlaff RT, Bauer J, Loguercio AD, et al. Effects of prolonged light exposure times on water sorption, solubility and cross-linking density of simplified etch-and-rinse adhesives. J Adhes Dent 2014;16:229-234.

46. Yoshihara K, Yoshida Y, Nagaoka N, Fukegawa D, Hayakawa S, Mine A, et al. Nano-controlled molecular interaction at adhesive interfaces for hard tissue reconstruction. Acta Biomater 2010;6:3573-3582.



#### Figura 1. Análise de microfotografias de diferentes grupos através do MEV

Figura 1. Microfotografias representativas dos diferentes grupos experimentais. Independente do adesivo, o acúmulo de partículas de prata foi mais evidente para o grupo 3200\*10. Após dois anos de armazenamento, independente do adesivo e da estratégia utilizada, foi possível observar um aumento da deposição de partículas de prata ao longo da interface adesiva para todos os grupos experimentais.

Sistemas				Mode	de Aplicação
Adesivos/Número do Lote	Composição	Longevidade	Grupos	Condicionamento Total	Self-etch
Clearfil Universal Bond Quick (CUQ) Kuraray/ CD0012		Imediato <b>Após 2 anos</b>	1400 mW/cm² por 5 s (1400*5 = 7 J/cm²)	<ol> <li>Aplique o ácido por</li> <li>15s</li> <li>Lave completamente</li> <li>Limpe o excesso de água;</li> <li>Aplique o adesivo</li> </ol>	<ol> <li>Aplique o adesivo na superfície inteira com microbrush. Não requer tempo de espera.</li> <li>Seque com jato de ar moderado por 5s até que o</li> </ol>
	10-MDP, BisGMA, HEMA, monômeros	Imediato	1400 mW/cm² por 10 s	como no modo <b>autocondicionante</b>	adesivo não se movimente 3. Faça fotopolimerização de
	de amido de resina hidrofílica, silica colloidal, agente de ligação de siilano,	Após 2 anos	(1400*10 = 14 J/cm <sup>2</sup> )		acordo com os grupos experimentais
	etanol, água	Imediato <b>Após 2 anos</b>	3200 mW/cm <sup>2</sup> por 5 s (3200*5 = 16 J/cm <sup>2</sup> )		
		Imediato	3200 mW/cm <sup>2</sup> por 10 s	1. Aplique o ácido por 15s	1. Aplique o adesivo em toda área e deixe descansar por
Scotchbond Universal (SBU) 3M Oral Care/638367	10-MDP, resinas de dimetacrilato, HEMA, copolimero de ácido polialquenóico modificado com metacrilato, nanocargas, etanol, água, iniciadores, silano	Após 2 anos	(3200*10 = 32 J/cm²)	<ol> <li>Lave completamente</li> <li>limpe o excesso de água</li> <li>Aplique o adesivo como no modo</li> <li>autocondicionante</li> </ol>	<ol> <li>20s</li> <li>2. Direcione um suave jato de ar sobre o líquido por aproximad amente 5s até que ele não mais se mova e o solvente evapore por completes</li> <li>3. Faça a polimerização de acordo com os grupos experimentais</li> </ol>

Tabela 1. Sistemas adesivos, número do lote, composição, longevidade, grupos e modo de aplicação

\*10-MDP: 10-metacriloiloxidecil di-hidrogenofosfato; bis-GMA; metacrilato de bisfenol glicidil; HEMA: 2-metacrilato de hidroxietila

Grupo	S	Clearfil	earfil Universal Bond Quick								Scotch	bond	Univer	sal											
		Condic	ionam	ento T	otal	Autocondicionante					Condic	ionam	iento T	otal			Autoco	ndicio	nante						
		5 s			10 s			5 s			10 s			5 s			10 s			5 s			10 s		
		A/M	С	PF	A/M	С	PF	A/M	С	PF	A/M	С	PF	A/M	С	PF	A/M	С	PF	A/M	С	PF	A/M	С	PF
1400	Imediato	115	0	1	110	0	2	108	0	0	120	0	4	115	2	1	116	0	0	124	0	0	123	0	0
		(99)	(0)	(1)	(98)	(0)	(2)	(100)	(0)	(0)	(97)	(0)	(3)	(97)	(2)	(1)	(100)	(0)	(0)	(100)	(0)	(0)	(100)	(0)	(0)
	Após 2	120	1	1	106	0	2	105	0	4	103	0	3	117	0	0	123	0	0	121	0	1	105	0	5
	anos	(99)	(1)	(1)	(98)	(0)	(2)	(96)	(0)	(4)	(97)	(0)	(3)	(100)	(0)	(0)	(100)	(0)	(0)	(99)	(0)	(1)	95)	(0)	(5)
3200	Imediato	100	2	2	121	0	0	117	0	3	114	0	2	118	0	0	116	2	1	124	0	0	119	0	1
		(96)	(2)	(2)	(100)	(0)	(0)	(97)	(0)	(3)	(98)	(0)	(2)	(100)	(0)	(0)	(97)	(2)	(1)	(100)	(0)	(0)	(99)	(0)	(1)
	Após 2	128	0	0	100	0	0	105	0	2	110	0	0	107	0	1	103	0	1	115	0	0	110	0	5
	anos	(100)	(0)	(0)	(100)	(0)	(0)	(98)	(0)	(2)	(100)	(0)	(0)	(99)	(0)	(1)	(99)	(0)	(1)	(100)	(0)	(0)	(95)	(0)	(5)

 Tabela 2. Modo de fratura (%) dos espécimes dos diferentes grupos experimentais

Tipos de fraturas: (A/M) Adesiva/Mista; (C) Coesiva; (FP) Falhas prematuras.

**Tabela 3**. Valores das médias de resistência de união µTBs (MPa ± Desvio padrão) dos espécimes de resina-dentina para Clearfil Universal Bond Quick (\*)

		Ime	diato		Após 2 anos					
Grupos	Condicio To	namento tal	Autocond	licionante	Condicio To	namento tal	Autocondicionante			
	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400	32.1 ±	37.2 ±	33.2 ±	36.1 ±	22.1 ±	29.6 ±	22.3 ±	29.2 ±		
mW/cm <sup>2</sup>	3.6 B,C	3.1 B	2.9 B,C	3.1 B	3.7 D	3.1 C	3.3 D	2.6 C		
3200	45.2 ±	27.3 ±	44.3 ±	25.8 ±	35.1 ±	18.1 ±	31.0 ±	18.9 ±		
mW/cm <sup>2</sup>	3.9 A	4.1 D	3.2 A	3.4 D	3.6 B	3.1 E	3.5 B,C	3.4 E		

**Tabela 4**. Valores das médias de resistência de união µTBs (MPa ± Desvio padrão) dos espécimes de resina-dentina para ScotchBond Universal (\*)

		Ime	diato		Após 2 anos					
Grupos	Condicio To	namento otal	Autoconc	licionante	Condicio To	namento Ital	Autocondicionante			
	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400	37.4 ±	44.3 ±	37.2 ±	46.7 ±	25.3 ±	42.1 ±	25.9 ±	41.5 ±		
mW/cm <sup>2</sup>	2.7 C	3.4 B	3.1 C	3.1 B	2.4 E	3.2 B,C	3.1 E	3.0 B,C		
3200	52.1 ±	33.2 ±	51.1 ±	31.2 ±	37.9 ±	24.1 ±	38.4 ±	21.0 ±		
mW/cm <sup>2</sup>	2.9 A	4.1 C,D	3.9 A	3.2 D	3.3 C	2.1 E	3.5 C	3.2 E		

**Tabela 5.** Valores das médias de Nanoinfiltração (% ± Desvio padrão) dos espécimes de resina-dentina para Clearfil Universal Bond Quick (\*)

		Ime	diato		Após 2 anos					
Grupos	Condicio To	namento tal	Autocond	licionante	Condicio To	namento tal	Autocondicionante			
	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400	11.2 ±	8.2 ±	10.4 ±	7.4 ±	16.7 ±	12.3 ±	17.9 ±	11.4 ±		
mW/cm <sup>2</sup>	1.9 B	1.6 A	1.9 A,B	1.9 A	2.2 C	1.9 B	2.6 C	1.8 B		
3200	9.5 ±	16.4 ±	7.3 ±	15.7 ±	13.1 ±	22.3 ±	13.3 ±	23.3 ±		
mW/cm <sup>2</sup>	1.8 A,B	1.6 C	1.6 A	1.5 C	1.9 B	2.0 D	1.2 B	2.0 D		

**Tabela 6**. Valores das medias de Nanoinfiltração (% ± Desvio padrão) dos espécimes de resina-dentina para ScotchBond Universal (\*)

		Ime	diato		Após 2 anos					
Grupos	Condicio To	namento tal	Autocond	licionante	Condicio To	namento tal	Autocondicionante			
	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s	5 s	10 s		
1400 mW/cm <sup>2</sup>	12.2 ± 2.1 B	7.1 ± 2.2 A	8.9 ± 2.7 A,B	6.1 ± 1.8 A	18.8 ± 1.6 C,D	12.8 ± 2.0 B	17.3 ± 1.1 C	12.9 ± 1.5 B		
3200 mW/cm <sup>2</sup>	6.6 ± 2.4 A	14.7 ± 2.7 C	6.8 ± 2.3 A	13.1 ± 2.1 C	12.5 ± 2.1 B	21.8 ± 1.3 D	11.7 ± 1.4 B	22.9 ± 2.1 D		

4. CONSIDERAÇÕES FINAIS

### **4 CONSIDERAÇÕES FINAIS**

O uso de irradiância mais alta (3200 mW/cm<sup>2</sup>) por apenas 5 s mostrou melhores resultados em termos de propriedades mecânicas e adesivas como uma maior estabilidade da interface para ambos os adesivos de ligação à dentina, enquanto o tempo de exposição prolongado (10s) a uma irradiância mais alta (3200 mW/cm<sup>2</sup>) mostrou piores resultados, dentre eles, promoveu uma maior degradação da interface resina-dentina, tanto imediatamente como após dois anos de armazenamento em água.

Destaca-se que a polimerização adequada de um adesivo foi claramente correlacionada com estabilidade e que embora o aumento da irradiância ou um prolongado tempo de exposição tenham melhorado o desempenho da interface adesiva, os resultados desta pesquisa in vitro devem ser analisados com atenção e outros ensaios "*in vitro*" e clínicos, avaliando outros sistemas adesivos, devem ser realizados para auxiliar nas tomadas de decisões clínicas.

REFERÊNCIAS

## **REFERÊNCIAS**<sup>\*</sup>

- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Van Landuyt K, Yoshida Y, Peumans M. From buonocore's pioneering acid-etch technique to self-adhering restoratives: A status perspective of rapidly advancing dental adhesive technology. J Adhes Dent. 2020;22(1):7-34. https://www.doi.org/10.3290/j.jad.a43994.
- Perdigao J, Geraldeli S, Carmo AR, Dutra HR. In vivo influence of residual moisture on microtensile bond strengths of one-bottle adhesives. J Esthet Restor Dent. 2002;14(1):31-8.
- Rosa WL, Piva E, Silva AF. Bond strength of universal adhesives: a systematic review and meta-analysis. J Dent. 2015;43(7):765-76. https://www.doi.org/10.1016/j.jdent.2015.04.003.
- Nagarkar S, Theis-Mahon N, Perdigao J. Universal dental adhesives: Current status, laboratory testing, and clinical performance. J Biomed Mater Res B Appl Biomater. 2019;107(6):2121-31. https://www.doi.org/10.1002/jbm.b.34305.
- Munoz MA, Luque I, Hass V, Reis A, Loguercio AD, Bombarda NH. Immediate bonding properties of universal adhesives to dentine. J Dent. 2013;41(5):404-411. https://www.doi.org/10.1016/j.jdent.2013.03.001.
- Van Meerbeek B, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, Munck J, Van Landuyt KL. State of the art of self-etch adhesives. Dent Mater. 2011;27(1):17-28. https://www.doi.org/10.1016/j.dental.2010.10.023.
- Nunes TG, Ceballos L, Osorio R, Toledano M. Spatially resolved photopolymerization kinetics and oxygen inhibition in dental adhesives. Biomaterials. 2005;26(14):1809-17.
- Cadenaro M, Breschi L, Antoniolli F, Navarra CO, Mazzoni A, Tay FR, et al. Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. Dent Mater. 2008;24(9):1194-200.
- Paul SJ, Leach M, Rueggeberg FA, Pashley DH. Effect of water content on the physical properties of model dentine primer and bonding resins. J Dent. 1999;27(3):209-14.

<sup>&</sup>lt;sup>\*</sup> De acordo com a Norma da Universidade Ceuma, baseada nas Normas de Vancouver.
- Ikeda T, Munck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, et al. Effect of evaporation of primer components on ultimate tensile strengths of primer-adhesive mixture. Dent Mater. 2005;21(11):1051-8. https://www.doi.org/10.1016/j.dental.2005.03.010.
- Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Tay FR, Lenarda R, Prati C, et al. Degree of conversion and permeability of dental adhesives. Eur J Oral Sci. 2005;113(6):525-30. https://www.doi.org/10.1111/j.1600-0722.2005.00251.x.
- 12. Reis A, Ferreira SQ, Costa TR, Klein-Junior CA, Meier MM, Loguercio AD. Effects of increased exposure times of simplified etch-and-rinse adhesives on the degradation of resin-dentin bonds and quality of the polymer network. Eur J Oral Sci. 2010;118(5):502-9. https://www.doi.org/10.1111/j.1600-0722.2010.00759.x.
- Breschi L, Cadenaro M, Antoniolli F, Sauro S, Biasotto M, Prati C, et al. Polymerization kinetics of dental adhesives cured with LED: correlation between extent of conversion and permeability. Dent Mater. 2007; 23(9):1066-72. https://www.doi.org/10.1016/j.dental.2006.06.040.
- Szesz A, Cuadros-Sanchez J, Hass V, Cruz GK, Arrais CA, Reis A, et al. Influence of delivered radiant exposure values on bonding of fiber posts to root canals. J Adhes Dent. 2015;17(2):181-8. https://www.doi.org/10.3290/j.jad.a34057.
- Hass V, Luque-Martinez I, Sabino NB, Loguercio AD, Reis A. Prolonged exposure times of one-step self-etch adhesives on adhesive properties and durability of dentine bonds. J Dent. 2012;40(12):1090-102. https://www.doi.org/10.1016/j.jdent.2012.09.003.
- Bakhsh TA, Tagami J, Sadr A, Luong MN, Turkistani A, Almhimeed Y, et al. Effect of light irradiation condition on gap formation under polymeric dental restoration. OCT study. Z Med Phys. 2020;30(3):194-200. https://doi.org/10.1016/j.zemedi.2020.02.001.
- 17. Oz AA, Oz AZ, Arici S. In-vitro bond strengths and clinical failure rates of metal brackets bonded with different light-emitting diode units and curing times. Am J Orthod Dentofacial Orthop. 2016;149(2):212-6. https://www.doi.org/10.1016/j.ajodo.2015.07.036.
- Slack WE, Yancey EM, Lien W, Sheridan R, Phoenix R, Vandewalle K. Effect of high-irradiance light curing on exposure times and pulpal temperature of adequately polymerized composite. Dent Mater J. 2020;39(6):976-83. https://www.doi.org/10.4012/dmj.2019-236.
- 19. Cadenaro M, Maravic T, Comba A, Mazzoni A, Fanfoni L, Hilton T et al. The role of polymerization in adhesive dentistry. Dent Mater 2019;35:e1-e22.

20. Cardenas A, Siqueira F, Nuñez A, Nonato RF, Cavalcanti K, Soares CJ, et al. Influence of irradiance and exposure times on the mechanical and adhesive properties of universal adhesives with dentin. Oper Dent. 2022;47(4):412-24.

APÊNDICES

# APÊNDICE A – PREPARO DAS AMOSTRAS PARA OS TESTES DE DUREZA E DENSIDADE DE RETICULAÇÃO DE POLÍMERO



dos corpos de prova



altura necessária para a amostra





Inserção do adesivo para o

preenchimento da cavidade

do dispositivo

F



Adesivo preenchendo a cavidade do dispositivo



Dispositivo para confecção Mensuração para obtenção da

Fotopolimerização da amostra

Amostra obtida

Figura 1 - Preparo das amostras para os testes de dureza e densidade de reticulação de polímero. (A) Dispositivo para confecção dos corpos de prova; (B) Mensuração para obtenção da altura necessária para a amostra; (C) Inserção do adesivo para o preenchimento da cavidade do dispositivo; (D) Adesivo preenchendo a cavidade do dispositivo; (E) Fotopolimerização da amostra; (F) Amostra obtida.

## APÊNDICE B – TESTE DE DUREZA EM KNOOP



Amostra posicionada no microdurometro para analise



Ponta realizando a indentação para se obter a dureza em Knoop





Teste de dureza sendo realizado

Obtenção da dureza em Knoop

Figura 1 - Teste de dureza em Knoop. (A) Amostra posicionada no microdurometro para análise;
 (B) Ponta realizando a indentação para se obter a dureza em Knoop; (C) Teste de dureza sendo realizado; (D) Obtenção da dureza em Knoop.

## **APÊNDICE C – TESTE DE DENSIDADE DE RETICULAÇÃO DE POLÍMERO**



Figura 1 - Teste de densidade de reticulação de polímero. (A) Armazenamento da amostra em uma solução de etanol 100% a 37°C por 24h; (B) Amostra posicionada no microdurometro para uma nova análise; (C) Ponta realizando a indentação para se obter a dureza em Knoop após imersão no etanol; (D) Teste de dureza sendo realizado; (E) Obtenção da dureza em Knoop.

# APÊNDICE D – PREPARO DOS ESPÉCIMES



Figura 1 - Preparo dos espécimes. (A) Dente hígido; (B) Remoção do esmalte oclusal; (C) Remoção do esmalte lateral.

# APÊNDICE E – PROCEDIMENTO RESTAURADOR – ESTRATÉGIA DE CONDICIONAMENTO TOTAL (ER)



Figura 1 - Procedimento restaurador – Estratégia de Condicionamento Total (ER). (A) Aplicação do ácido fosfórico a 37%; (B) Aplicação do adesivo; (C) Fotopolimerização; (D) Fotopolimerização do adesivo; (E) Restauração da amostra; (F) Fotopolimerização; (G) Restauração.

# APÊNDICE F - PROCEDIMENTO RESTAURADOR – ESTRATÉGIA AUTOCONDICIONANTE (SE)



Figura 1 - Procedimento restaurador – Estratégia autocondicionante (SE). (A) Aplicação do adesivo; (B) Fotopolimerização; (C) Fotopolimerização do adesivo; (D) Restauração da amostra; (E) Fotopolimerização; (F) Restauração.

# **APÊNDICE G – CORTE DAS AMOSTRAS**



Figura 1 - Corte das amostras. (A) Cortadora de precisão Isomet 1000; (B) Corte com o disco; (C) Palitos obtidos.



# APÊNDICE H – TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (µTBS)

Figura 1 - Teste de resistência de união (μTBS). (A) Palitos obtidos; (B) Mensuração dos palitos;
 (C) Garras de Geraldelli; (D) Palito fixado; (E) Máquina de ensaio universal; (F) Ensaio de μTBS.

# APÊNDICE I – TESTE DE NANOINFILTRAÇÃO (NL)



Figura 1 - Teste de nanoinfiltração (NL). (A) Seleção dos palitos; (B) Palitos preparados; (C) Análise das amostras do MEV; (D) Imagens obtidas (exemplo).

# APÊNDICE J – TESTE DE GRAU DE CONVERSÃO (GC)

# Teste de grau de conversão (GC)



Figura 1 - Teste de grau de conversão (GC). (A) Seleção dos palitos; (B) Limpeza em cuba ultrasônica; (C) Análise das amostras em micro-Raman.

# APÊNDICE K – PREPARO DOS ESPÉCIMES, PROCEDIMENTO RESTAURADOR – ESTRATÉGIA AUTOCONDICIONANTEL (SE)-ARMAZENAMENTO IMEDIATO E POR 2 ANOS



Figura 1 - A-Corte oclusal da amostra; B-Amostra pronta para estratégia adesiva; C-Lavagem da amostra; D-Secagem da amostra; E-Aplicação do sistema adesivo; F-Fotopolimerização de acordo com a potência/T escolhida; G- Restauração pronta; H-Corte da amostra para obtenção dos palitos; I- Palitos de resina-dentina; J-Armazenamento por 24 horas; K- Armazenamento por 2 anos

# APÊNDICE L – PREPARO DOS ESPÉCIMES, PROCEDIMENTO RESTAURADOR – ESTRATÉGIA DE CONDICIONAMENTO TOTAL (ER) -ARMAZENAMENTO IMEDIATO E POR 2 ANOS



Figura 1 - A-Corte oclusal da amostra; B-Amostra pronta para estratégia adesiva; C-Lavagem da amostra; D- Lavagem da amostra; E-Secagem da amostra; F-Aplicação do sistema adesivo; G- Fotopolimerização de acordo com a potência/T escolhida; H-Restauração pronta; I- Corte da amostra para obtenção dos palitos; J- Palitos de resina-dentina; K- Armazenamento por 24 horas; L- Armazenamento por 2 anos

# APÊNDICE M – FIGURA 4- TESTE DE RESISTÊNCIA DE UNIÃO (µTBS)



## Teste de Resistência de União (µTBS)

Figura 1 - A-Armazenamento por 24 horas; B- Armazenamento por 2 anos; C-Execução do teste em máquina de ensaio universal; D-Palito de resina/dentina fraturado; E-Palitos separados; F-Análise da fratura em microscópio

# **APÊNDICE N – FIGURA 5- TESTE DE NANOINFILTRAÇÃO (NL)**

## Teste de Nanoinfiltração(NL)



Figura 1 - A-Armazenamento por 24 horas; B- Armazenamento por 2 anos; C- Imersão dos palitos em solução de Nitrato de Prata por 24h; D-Imersão dos palitos em solução reveladora sob luz fluorescente por 8h; E-Análise da Infiltração do Nitrato de Prata por meio de MEV

ANEXOS

## ANEXO A - PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP



CENTRO UNIVERSITÁRIO DO MARANHÃO - UNICEUMA

### PARECER CONSUBSTANCIADO DO CEP

#### DADOS DO PROJETO DE PESQUISA

Título da Pesquisa: influência dos LEDs que compõem um fotopolimerizador de múltiplos picos nas propriedades adesivas de sistemas adesivos universais contendo diferentes iniciadores

Pesquisador: Andrés Felipe Millan Cardenas Area Temática: Versão: 1 CAAE: 19438819.9.0000.5084 Instituição Proponente: CEUMA-ASSOCIACAO DE ENSINO SUPERIOR Patropinador Principal: Financiamento Próprio

DADOS DO PARECER

Número do Parecer: 3.542.383

Aprecentação do Projeto:

O objetivo do presente trabaiho será avaliar se a posição dos LEDs que compõe um fotopolimerizador de múltiplos picos e a influência nos diferentes iniciadores dos sistemas adesivos. A partir de 90 dentes que serão distribuidos de acordo com 18 condições experimentais (n = 90 espécimes para resistência de união (TBS), nanoinfitração (NI) e grau de conversão in situ (GC). Os dentes serão distribuidos de acordo com a combinação das variáveis independentes: (1) três diferentes sistemas adesivos; (2) dois tipos de estratégia adesiva e (3) diferentes intensidades de luz do LED emissor. As superficies ociusais dos dentes serão cortadas 3 mm ± 1 mm, em seguida, serão lixadas com lixas de granulação 600 para padronizar o smear layer. Após essa etapa os quadrantes dos dentes serão marcados de forma que corresponda a um LED do fotopolimerizador e serão restaurados. A seguir, os dentes serão seccionados e marcados para obtenção de espécimes em formato de "palito" para análise da TBS. Para análise NI, palitos que não foram utilizados no teste de TBS serão imersos em uma solução de nitrato de prata por 24 h em ambiente escuro.

Logo após, serão revelados sob luz fluorescente por 8 h e fixados em stubs para avallação da

Enderego: DOS CASTANHEIROS Bairro: JARDIM RENASCENCA	CEP: 65.075120
UF: MA Município: SAO LUIS Telefone: (38)3214-4212	E-mail: osp@osuma.br

Pagine D1 de D4

PlataPorma



Continuegão do Parecer: 3.542.383

# CENTRO UNIVERSITÁRIO DO CONTRO UNIVERSITÁRIO DO CONTRO UNIVERSITÁRIO DO CONTRO DO CONTROLO DO CONTROLO



interface por microscopia eletrônica de varredura no modo de elétrons retroespalhados. Para avallação do GC, três palitos de resina-dentina de cada grupo não testados por TBS e NI serão limpos e lixados. Logo em seguida eles serão avaliados por espectroscopia de Raman. Para análise estatística, os dados serão submetidos à análise de variância e teste de Tukey para comparação das médias (alfa=0,05). Objetivo da Pesquisa: Objetivo Primário: Availar se a posição dos LEDs que compõe um fotopolimetrizador de múltiplos picos influência na resistência de união, nanoinfiltração e grau de conversão in situ de dois sistemas adesivos universais contendo diferentes iniciadores na estratégia adesiva. condicionamento total e autocondicionante. Objetivo Secundário: Avaliar a eficácia da fotopolimerização a partir do posicionamento fixo do aparelho fotopolimerizador que apresenta LEDs com posições determinadas em diferentes intensidades (445mW/cm², 465mW/cm², 405mW/cm²) sob sistemas adesivos com diferentes iniciadores. Availação dos Riscos e Beneficios: Riscos: Riscos do paciente: Como esta pesquisa será realizada em dentes extraidos por indicação terapêutica, os riscos a sua saúde, são os mesmos que você teria se não consentisse com a participação/doação do elemento dental, ou seja os mesmos riscos da exodontia terapêutica (Utilização de anestésico local e infecção localizada). Riscos do pesquisador: Por se tratar de um estudo laboratorial, os riscos seriam oriundos das etapas laboratoriais durante manipulação dos dentes e confecção dos espécimes. No entanto, medidas como a utilização de equipamentos de proteção individual como gorro, máscara, luvas e óculos são Importantes e serão utilizadas em todas as etapas Beneficios:

Além da contribuição à ciência pela procura de novas técnicas e estratégias que melhore a posição

Endeniço: DOS CASTANHEIROS Bairro: JARDIM RENASCENCA	CEP: 65.075-120
UF: MA Município: SAO LUIS	
Telefone: (98)3214-4212	E-mail: cep@ceums.br

Página 02 de Dil



## CENTRO UNIVERSITÁRIO DO MARANHÃO - UNICEUMA

Continuação do Parecer: 3.542.383

#### dos LEDs que compõem um fotopolimerizador

de múltiplos picos, levar qualidade nos procedimentos adesivos eliminando o surgimento de problemáticas com a união da dentina com os sistemas

adesivos e seus fotoiniciadores.

#### Comentários e Considerações sobre a Pesquisa:

Trata-se de uma pesquisa laboratorial a ser desenvolvida com dentes extraidos de pacientes com indicação terapéutica. A pesquisa esta bem delineada e com estrutura metodológica que responde aos objetivos propostos. Apresenta equipe qualificada para o desenvolvimento da mesma.

#### Considerações sobre os Termos de apresentação obrigatória:

Todos os termos necessários para apreciação ética da pesquisa foram apresentados e estão adequados as normativas do sistema CEP CONEP (Res. 466/12 CNS)

#### Recomendações:

 O TCLE deve apresentar a numeracao nas paginas com o objetivo de garantir a integridade do documento, solicita-se que sejam inseridos os numeros de cada pagina, bem como a quantidade total delas, como por exemplo: "1 de X" e assim sucessivamente ate a pagina "X de X".

2)Na pagina 2 no ultimo paragrafo, le-se: "Voce sera INDENIZADA por qualquer despesa que venha a ter com sua participação nesse estudo e, também, por todos os danos que venha a sofrer pela mesma razão, sendo que, para essas despesas estão garantidos os recursos" (Destaque nosso). O trecho esta inadequado, pois nesse caso o que sera oferecido ao participante sera o ressarcimento, e não indenização. Sendo assim:

Deve ser garantido ao participante de pesquisa e seu acompanhante o ressarcimento de despesas decorrentes da participacao no estudo nos días em que for necessaria sua presenca para consultas ou exames. Sendo assim, solicita-se que o trecho seja reescrito garantindo, de forma ciara e afirmativa, o ressarcimento das despesas tidas pelo participante da pesquisa e seu acompanhante em decorrencia de sua participacao na pesquisa, podendo-se citar como exemplo, o transporte e a alimentacao, mas nao se restringindo a eles (Resolucao CNS no 466 de 2012, itens II.21 e IV.3.g).

 E separadamente, solicita-se inserir no TCLE a explicitacao do direito do participante de buscar indenização diante de eventuais danos decorrentes da pesquisa (Resolução CNS no 466 de 2012, Item IV.3.h).

Conclusões ou Pendências e Lista de Inadequações: Sem pendências

Endereço: DOS CASTANHEIROS Bairro: JARDIM RENASCENCA UF: MA Município: SAO LUIS Telefone: (98)3214-4212

CEP: 65.075-120

E-mail: cep@ceuma.br

Página Cô de Dá

PlataPorma



# CENTRO UNIVERSITÁRIO DO MARANHÃO - UNICEUMA



Continuegão do Parecer: 3.542.383

#### Considerações Finais a oritério do CEP:

O pesquisador deverá apresentar a este CEP Relatório final da pesquisa

#### Este parecer foi elaborado baseado nos documentos abaixo relacionados:

Tipo Documento	Arquivo	Postagem	Autor	Stuação
Informações Básicas	PB_INFORMAÇÕES_BÁSICAS_DO_P	15/08/2019		Acelto
do Projeto	ROJETO_1376577.pdf	19:40:25		
TCLE / Termos de	TCLE.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Aceito
Assentimento /		19:39:33	Cardenas	
Justificativa de				
Auséncia				
Outros	anuencia_clinica.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Aceito
		18:56:24	Cardenas	
Declaração de	anuencia_thaysa.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Acelto
Pesquisadores		18:55:40	Cardenas	
Declaração de	anuencia_andres.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Acelto
Pesquisadores		18:55:26	Cardenas	
Projeto Detalhado /	projeto_de_pesquisa.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Aceito
Brochura		18:54:40	Cardenas	
Investigador				
Declaração de	anuencia_ceuma.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Acelto
instituição e		18:53:39	Cardenas	
Infraestrutura				
Folha de Rosto	folha_de_rostro.pdf	15/08/2019	Andrés Felipe Millan	Acelto
		18:53:12	Cardenas	

Situação do Parecer: Aprovado

Necessita Apreciação da CONEP: Não

SAO LUIS, 29 de Agosto de 2019

Assinado por: RUDY\$ RODOLFO DE JE\$U\$ TAVAREZ (Coordenador(a))

Endenso: DOS CASTANHEIROS Bairro: JARDIM RENASCENCA	CEP: 65.075-120	
UF: MA Município: SAO LUIS		
Telefone: (98)3214-4212	E-mail: oep@oeuma.br	

Página Dáide Dá

## ANEXO B – ACEITE DO ARTIGO 1 PARA PUBLICAÇÃO NA REVISTA OPERATIVE DENTISTRY

#### Fw: ENC: Your Submission 21-042R1

karoline guará <karolguara@yahoo.com.br> seg, 20/02/2023 18:06

Para: Roseline Costa de Araujo Araujo <roselinecc@hotmail.com>

----- Mensagem encaminhada -----De: andres felipe millan cardenas <andresfelipemillancardenas@hotmail.com> Para: Karoline Brusaca Guará (karolguara@yahoo.com.br) <karolguara@yahoo.com.br> Enviado: terça-feira, 21 de setembro de 2021 às 17:58:17 BRT Assunto: ENC: Your Submission 21-042R1

Carta de paper aceito na operative dentistry

# Andres Felipe Millan Cardenas DDS, MSc, Ph.D Restorative Dentistry

De: Operative Dentistry <<u>em@editorialmanager.com</u>> Data: 10 de setembro de 2021 14:54:20 BRT Para: Alessandra Reis <<u>reis\_ale@hotmail.com</u>> Assunto: Your Submission 21-042R1 Responder A: Operative Dentistry <<u>editor@jopdent.com</u>>

Ref.: Ms. No. 21-042R1 Influence of irradiance and exposure times on the mechanical and adhesive properties of universal adhesives with dentin Operative Dentistry

Dear Dra. Reis,

I am pleased to tell you that your work has now been accepted for publication in Operative Dentistry.

It was accepted on Sep 10, 2021

Comments from the Editor and Reviewers can be found below.

Thank you for submitting your work to this journal.

With kind regards,

Jeffrey Platt, DDS, MS Editor-in-Chief Operative Dentistry

Comments from the Editors and Reviewers:

Editor comment: The issues identified by Reviewer #2 and any other questions will be handled during the copyedit and typeset stages.

Reviewer #1: No further comments.

Reviewer #2:

I thank the authors for addressing all my concerns and recommendations and for clarifying the sample size. I have 2 minor issues:

1- Page 7 line 34 and Page 9 first line; repeated sentence (For standardize the lightcured procedures, the Valo unit was fixed in a clamp with the emitting end of the light guide 1-mm away from the occlusal surface.), also, it is better to change to either For standardization or To standardize.

2- The figures are still not clear in my pdf file. Best regards

In compliance with data protection regulations, you may request that we remove your personal registration details at any time. (Use the following URL:

https://na01.safelinks.protection.outlook.com/?

url=https%3A%2F%2Fwww.editorialmanager.com%2Fjopdent%2Flogin.asp%3Fa%3Dr &data=04%7C01%7C%7C4143793417d24037c1ec08d974840323%7C84df9e7fe 9f640afb435aaaaaaaaaa%7C1%7C0%7C637668932602953599%7CUnknown%7C TWFpbGZsb3d8eyJWljoiMC4wLjAwMDAiLCJQljoiV2luMzliLCJBTil6lk1haWwiLCJXVC I6Mn0%3D%7C1000&sdata=m3piZJjsWAGMgLw%2BwCAA2t53a5yktAH3JaxXG f00tXo%3D&reserved=0). Please contact the publication office if you have any guestions.

#### The Journal of **Adhesive Dentistry GUIDELINES FOR AUTHORS**

The Journal of Adhesive Dentistry is a peer-reviewed open access journal that publishes scientifically sound articles of interest to practitioners and researchers in the field of adhesion to hard and soft dental tissues. The Journal publishes several types of peer-reviewed original articles:

- 1. Clinical and basic science research reports based on original research in adhesive dentistry and related topics.
- 2. Reviews topics on topics related to adhesive
- Short communications of original research in ad-hesive dentistry and related topics. Max. 4 printed pages, including figures and references (max characters 18,000). High priority will be given to the review of these papers to speed publication.
- 4. Focus articles presenting a position or hypothesis related topics. These articles are not intended for the presentation of original results, and the authors of the articles are selected by the Editorial Board.
- Proceedings of symposia, workshops, or conferences

   covering topics of relevance to adhesive dentistry

  and related topics.

#### SUBMISSION INSTRUCTIONS

Submission via online submission service (www.manuscriptmanager.net/jadd). Manuscript texts should be uploaded as PC-word files with tables and figures preferably embedded within the PC-word document. A broad range of file formats are acceptable. No paper version required but high resolution photographs or illustrations should be sent to the editorial office (see below). Online submissions are automatically uploaded into the editorial office's reviewer assignment schedule and are therefore processed immediately upon upload.

Illustrations that cannot be sent electronically will be scanned at the editorial office so that they can be sent to reviewers via e-mail along with the manuscript to expedite the evaluation process Resubmitted manuscripts should also be submitted in the above manner. Please note that supplying electronic

versions of your tables and illustrations upon resubmission will assure a faster publication time if the manuscript is accepted.

Review/editing of manuscripts. Manuscripts will normally be reviewed by an editor-in-chief and at least two reviewers with expertise in the article's subject matter. The journal operates a conventional double blind reviewing policy. After review, a decision is made whether to reject the work or to continue the review process. Any works where an editor-in-chief is a contributor will be handled by one of the other two editors-in-chief. We attempt to begin the review process as rapidly as possible, and a decision is reached as soon as the reviewer's comments are received, typically within 8 to 10 weeks. (double blind peer review). The publisher reserves the right to edit accepted manuscripts to fit the space available and to ensure conciseness, clarity, and stylistic consistency, subject to the author's final approval.

Adherence to guidelines. Manuscripts that are not pre-pared in accordance with these guidelines will be returned to the author before review

#### MANUSCRIPT PREPARATION

- · The Journal will follow as much as possible the recommendations of the International Committee of Medical Journal Editors (Vancouver Group) in regard to preparation of manuscripts and authorship (Uniform requirements for manuscripts submitted to biomedical journals. Ann Intern Med 1997;126: 36-47).
- Title page. The first page should include the title of the article (descriptive but as concise as possible) and the name, degrees, job title, professional affiliation,

contribution to the paper (e.g., idea, hypothesis, experimental design, performed the experiments in partial fulfillment of requirements for a degree, wrote the manuscript, proofread the manuscript, performed a certain test, consulted on and performed statistical evaluation, contributed substantially to discussion, etc.) and full address of all authors. Phone fax and e-mail address must also be provided for the corresponding author, who will be assumed to be the first listed author unless otherwise noted. If the paper was presented before an organized group, the name of the organization, location, and date should be included 3-8 keywords.

- Structured abstract. Include a maximum 250-word structured abstract (with headings Purpose, Materials and Methods, Results, Conclusion). Introduction. Summarize the rationale and purpose of
- the study, giving only pertinent references. Clearly
- state the working hypothesis. Materials and Methods. Present materials and methods in sufficient detail to allow confirmation of the observations. Published methods should be referenced and discussed only briefly, unless modifications have been made. Indicate the statistical
- methods used, if applicable. **Results.** Present results in a logical sequence in the text, tables, and illustrations. Do not repeat in the text all the data in the tables or illustrations; emphasize only important observations.
- · Discussion. Emphasize the new and important aspects of the study and the conclusions that follow from them. Do not repeat in detail data or other material given in the Introduction or Results section. Relate observations to other relevant studies and point out the implications of the findings and their limitations.
- Acknowledgments. Acknowledge persons who have made substantive contributions to the study. Specify grant or other financial support, citing the name of the supporting organization and grant number. Abbreviations. The full term for which an abbreviation
- stands should precede its first use in the text unless it is a standard unit of measurement. Trade names. Generic terms are to be used whenever
- possible, but trade names and manufacturer should be included parenthetically at first mention. **Clinical Relevance.** Please include a very brief
- (2 sentences or 3 lines) clinical relevance statement.

#### REFERENCES

- All references must be cited in the text, according to the alphabetical and numerical reference list. The reference list should appear at the end of the
- article, in alphabetical and numerical sequence
- Do not include unpublished data or personal com-munications in the reference list. Cite such references parenthetically in the text and include a date
- Avoid using abstracts as references. Provide complete information for each reference, including names of all authors. If the reference is part of a book, also include title of the chapter and nam of the book's editor(s).

Journal reference style:

 Turp JC, Kowalski CJ, Stohler CS. Treatment-seeking patters of facial pain patients: Many possibilities, limited satisfaction. J Orofacial Pain 1998:12:61-66.

 Book reference style:
 1. Hannam AG, Langenbach GEJ, Peck CC. Computer simulations of jaw biomechanics. In: McNeill C (ed). Science and Practice of Occlusion. Chicago: Quintessence, 1997:187-194.

#### ILLUSTRATIONS

- All illustrations must be numbered and cited in the text in order of appearance
- · Submitted figures should meet the following minimum requirements:
- High-resolution images should have a width of 83 mm and 300 dpi (for column size).
- Graphics (bar diagrams, schematic representations drawings) wherever possible should be produced in Adobe Illustrator and saved as AI or EPS files
- All figures and graphics should be separate files not embedded in Word or Power Point documents.

Upon article acceptance, high-resolution digital image

- files must be sent via one of the following ways: 1. As an e-mail attachment, if the files are not excessively large (not more than 10 MB), to our production department
- 2. Via online submission service

(www.manuscriptmanager.net/jadd). Line drawings – Figures, charts, and graphs should be professionally drawn and lettered large enough to be read after reduction. Good-quality computer-generated laser prints are acceptable (no photocopies); also provide electronic files (eps. ai) if possible. Lines within graphs should be of a single weight unless special emph needed.

Legends - Figure legends should be grouped on a separate sheet and typed double-spaced.

#### TABLES

- Each table should be logically organized, on a separate sheet, and numbered consecutively
- · The title and footnotes should be typed on the same sheet as the table

#### EXPANDED METHODOLOGICAL AND REPORTING

Requirements – Ethical or Institutional Review Board Approval. Clearly indicate that the study obtained appropriate approval (or a statement and explanation of why it was not required), including the name of the ethics committee(s) or institutional review board(s) and the number/ID of the approval(s). For human studie please also add a statement that participants gave informed consent before taking part.

#### MANDATORY SUBMISSION FORM

The Mandatory Submission Form, signed by all authors, must accompany all submitted manuscripts before they can be reviewed for publication. Electronic submission: scan the signed form and submit as JPG, TIF or PDF file

#### PERMISSIONS & WAIVERS

- By submitting an article, the author confirms that all texts, videos, and images are free of third-party rights and that the sources are cited correctly according to German citation methods. The author informs Quintessence Publishing about any copyright notices that may be required. In the event of infringement of third-party rights (copyrights, personal rights, data protection rights, etc), the author shall indemnify the publisher against all third-party claims.
- In the case of photographs of patients or other persons, the consent of the patient or the legal . representative must be obtained for the publication of the photographs on- and offline for the purposes of publication, dissemination, and making available to the public in publications of Quintessence Publishing.
- Grant support or any other indirect involvement or commercial interest must be specified. · For clinical studies the approval of the ethics
- committee must be presented.

#### PUBLICATION FEE

After acceptance of the submitted article, a publication fee of 1250 EUR (excluding taxes) is charged. All information for creating the invoice must be stored on the Manuscriptmanager platform during submission.

The Journal of Adhesive Dentistry