

FERNANDA CALABRÓ CALHEIROS

**INFLUÊNCIA DA DOSE DE ENERGIA SOBRE O GRAU DE
CONVERSÃO, TENSÃO DE POLIMERIZAÇÃO, PROPRIEDADES
MECÂNICAS E MICROINFILTRAÇÃO *IN VITRO* DE
RESTAURAÇÕES EM COMPÓSITO**

São Paulo

2006

Livros Grátis

<http://www.livrosgratis.com.br>

Milhares de livros grátis para download.

Fernanda Calabró Calheiros

Influência da dose de energia sobre o grau de conversão, tensão de polimerização, propriedades mecânicas e microinfiltração *in vitro* de restaurações em compósito

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obter o título de Doutora pelo Programa de Pós-Graduação em Odontologia.

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Roberto R. Braga

São Paulo

2006

FOLHA DE APROVAÇÃO

Calheiros FC. Influência da dose de energia sobre o grau de conversão, tensão de polimerização, propriedades mecânicas e microinfiltração *in vitro* de restaurações em compósito [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

São Paulo, ____ de _____ de 2006

Banca Examinadora

1) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof(a). Dr(a). _____

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Dedico este trabalho ao meu marido e à minha família que souberam, através do amor, me ensinar a verdadeira razão de viver.

É loucura:
Odiar todas as rosas porque uma te espetou
Entregar todos os teus sonhos porque um deles não se realizou
Perder a fé em todas as orações porque numa não foste atendido
Desistir de todos os esforços porque um deles fracassou.

É loucura:
Condenar todas as amizades porque uma te traiu
Descrer de todo amor porque um deles te foi infiel
Jogar fora todas as chances de ser feliz porque uma tentativa não deu certo

Espero que na tua caminhada não cometas estas loucuras, lembrando que sempre:
Há uma outra chance, uma outra amizade, uma nova força...
É só ser perseverante e procurar ser mais feliz a cada dia pois:
"A glória não consiste em jamais cair, mas sim erguer-se toda vez!"

Mensagem recebida por e-mail (autor desconhecido)

AGRADECIMENTOS

A Deus

Porque me fez uma pessoa abençoada. Abençoada pela vida que me foi dada, pela saúde preservada, pela família na qual fui colocada, pessoas pelas quais sou rodeada, pelas oportunidades profissionais que me são apresentadas...

*“Obrigado Senhor, porque és meu amigo, porque sempre comigo Tu estás a falar.
No perfume das flores, na harmonia das cores e no mar que murmura o Teu nome a rezar. Escondido Tu
estás, no verde das florestas, nas aves em festa e no sol a brilhar;
na sombra que abriga, na brisa amiga, na fonte que corre ligeira a cantar.
Te agradeço ainda porque na alegria ou na dor de cada dia eu posso Te encontrar.
Quando a dor me consome, murmuro o Teu nome e mesmo sofrendo eu posso cantar.”*
(música retirada do folheto de missa do Frei Jorge da Paz)

Ao meu marido José Augusto Mora Puliti

Pela paciência, compreensão, força nos momentos difíceis, conselhos e todo amor. Não existem palavras suficientes para agradecê-lo. Pela segunda vez eu digo que você é uma benção que Deus me deu. Espero que ao longo de nossa vida eu consiga lhe provar o quanto você é importante e como é grande meu amor por você.

*“Você é a escada da minha subida
Você é o amor da minha vida
É o meu abrir de olhos do amanhecer
Verdade que me leva a viver
Você é a espera na janela
A ave que vem de longe tão bela
A esperança que arde em calor
Você é a tradução do que é o amor”*
(Rio Negro e Solimões)

Aos meus pais Ivanildo e Olimpia, e irmãos Renato e Luciano

O que eu posso dizer de uma família tão unida e especial? Esta família sempre foi o alicerce para a realização dos meus sonhos. Hoje eu chego até aqui pela formação e apoio que vocês me deram. Meu amor, admiração e gratidão jamais poderão ser expressos em tão pouco espaço e com tão simples palavras. Só queria que vocês soubessem que me espelho em vocês para ser sempre uma pessoa melhor. Se eu um dia eu tiver metade da disposição e caráter do meu pai, da dedicação e honestidade da minha mãe, da alegria e personalidade do Rê e também metade da responsabilidade e serenidade do Lú estarei feliz comigo mesma. Obrigada por tudo! Amo vocês.

“Existem várias maneiras de aprender as coisas. A mais convencional delas é a do discurso pedagógico, a fala organizada que pretende nos ensinar o que precisamos saber. Mas aquela que nos marca de modo mais profundo e duradouro é sempre a da observação do gesto do outro, o exemplo do qual somos testemunhas e cujo significado reconhecemos visceralmente.”
(Carlos Diegues)

À minha tia Amália Calabro

A casa só se completa com sua presença. Peça fundamental para a alegria e descontração da família. Uma pessoa lutadora, companheira e sempre pronta para ajudar. A verdadeira segunda mãe. Você é um exemplo para todos nós. Preciso de muitos anos para conseguir retribuir todo apoio, carinho e amor. Espero conseguir agradecê-la com atitudes no lugar de palavras! Obrigada!

Ao meu tio Léo, Cristina, Ana Paula e Leonardo

Vocês não têm a mínima idéia do quanto são importantes em minha vida. Mais uma vez, gostaria de agradecer por tudo. Espero sempre poder ter vocês ao meu lado participando de cada momento importante (como este). Obrigada!

Ao meu orientador Prof. Dr. Roberto Ruggiero Braga

Gostaria de agradecer pela oportunidade de tê-lo como meu mestre. Não apenas um mestre, na verdade, um amigo. Tanta paciência, tanto conhecimento transmitido, tanta dedicação e confiança só poderiam existir em uma pessoa genial como você. Espero que você saiba que te admiro muito. Que esta orientação não termine com a conclusão desta tese. Que eu possa contar sempre com seu apoio e conselhos. Tenho certeza de que tenho uma dívida eterna com você, pois jamais conseguirei retribuir a preciosidade dos ensinamentos passados. Muito obrigada!

Ao Prof. Frederick Rueggeberg

Pela oportunidade que me ofereceu de trabalhar na MCG (Medical College of Georgia, USA), onde desenvolvi parte desta tese. Mais do que isto, agradeço o acolhimento fantástico, o desenvolvimento científico e crescimento pessoal que me proporcionou em tão pouco tempo.

Ao Prof. Jeffrey W. Stansbury

Pela ajuda e disposição em discutir, escrever e lapidar os trabalhos publicados.

Ao Prof. Yoshio Kawano

O dom de ensinar a nós leigos o mundo da química, dos espectros, dos polímeros. Só uma pessoa tão paciente e dedicada consegue fazê-lo de forma tão marcante. Eu agradeço pelas conversas, pelos experimentos feitos e principalmente pela amizade. Espero que possamos trabalhar juntos muitas vezes. Obrigada!

À minha amiga Fernanda Tranchesí Sadek

Muitas vezes sorrindo, às vezes brigando, outras vezes chorando juntas. Assim é a nossa amizade: intensa e sincera como poucas. É difícil acreditar que o tempo passou tão rápido dentro da pós-graduação. Tantas horas juntas dentro e fora do departamento! Eu te agradeço por tudo. Por esta amizade, pelo carinho, pelo apoio e também pela ajuda na parte experimental desta tese. Você é para mim um exemplo de sucesso e dedicação dentro da área acadêmica. Espero poder contar sempre com você, tanto para publicar novos trabalhos como para continuar compartilhando o que há de melhor e pior na vida! Muito obrigada.

*"If you need a friend,
don't look to a stranger,
You know in the end,
I'll always be there"
(When in Rome)*

À Profa. Rosa Helena Grande

A pós-graduação é comandada de forma impressionante e indiscutível. Porém, meus agradecimentos vão além da parte burocrática e formal. Através do seu apoio e carinho, a caminhada ficou mais tranqüila. Foi muito bom ver que nos momentos de desânimo havia sempre uma mão amiga para me puxar e fazer eu me sentir importante. Espero sempre corresponder à altura de suas expectativas! Muito obrigada por fazer eu me sentir no departamento como se estivesse em minha própria casa.

Ao Prof. Rafael Yagüe Ballester

Pela ajuda incalculável durante todos estes anos e principalmente pela ajuda na hora do desespero na finalização desta tese...Obrigada mesmo!

À amiga Márcia Daronch

Gostaria de agradecer-lá pela oportunidade de, junto com você, desenvolver parte da minha tese nos Estados Unidos. Mais do que isto, gostaria de dizer que a admiro muito. Ser sua co-autora é uma grande honra. Tenho certeza de que esta amizade me trouxe muito crescimento não só científico como pessoal. Obrigada por tudo!

À Letícia Cristina Cidreira Boaro

Agradeço a paciência em ensinar a metodologia de microinfiltração e toda colaboração nesta parte experimental da tese. E por que não dizer obrigada por dividir as broncas do chefe e também por deixar mais divertida a equipe do BrEC ("Braga Estudos em Compósitos")? Seja bem vinda à pós-graduação...

À Flávia Gonçalves

Pela presença na equipe trazendo tranquilidade e muito conhecimento. Foram muito proveitosos os trabalhos em que pude ser sua co-autora. Obrigada pela oportunidade!

À Carmem Pfeifer, Prof. Paulo F. César e Prof. Walter G. Miranda Júnior

A companhia de vocês foi fundamental na minha primeira experiência em um congresso internacional. A viagem que fizemos para o Canadá foi propulsora das nossas amizades! Espero compartilhar com vocês muitas viagens como aquela! Obrigada!

À Carina Castellan e à Bárbara Pick

Por me apresentarem e incorporarem à nova turma de alunos do departamento. Por todo carinho e momentos de descontração em “happy hours” e principalmente pela oportunidade de poder viajar com vocês ao encontro do Grupo Brasileiro de Materiais Dentários (GBMD 2006, Uberlândia), que me permitiu conhecer e me aproximar de duas pessoas incríveis como vocês. Obrigada!

Ao Vinicius Rosa

Pela alegria com a qual sempre me recebeu, pelas brincadeiras, pelos momentos de descontração no meio do “stress”. Que eu possa sempre compartilhar momentos bons e demonstrar meu carinho. Aquele abraço! Obrigada.

A todo Departamento de Materiais Dentários (Professores e alunos)

Pelo acolhimento, apoio, momentos de alegria e ajuda durante todos esses anos.

Aos funcionários do Departamento de Materiais Dentários Rosa Cristina Nogueira, Mirtes Stadutto, Antônio Carlos Lascale e Silvio Peixoto Soares

Por todo auxílio, apoio e carinho oferecidos. O Departamento só caminha com o suporte de vocês...Obrigada.

À FAPESP

Pela bolsa (03/13002-0) e auxílio-pesquisa (04/05975-0). A Fundação, com o suporte financeiro, permitiu a compra do material necessário para a execução desta tese, bem como a minha participação em eventos científicos nacionais e internacionais, contribuindo durante três anos para o meu crescimento científico. Obrigada.

À Esstech Technology Inc.

Pela doação dos monômeros.

À Vigodent S/A Indústria e Comércio

Pela doação das cargas inorgânicas de vidro de bário.

À Degussa Brasil Ltda.

Pela doação das partículas de sílica coloidal.

À Vortex Indústria e Comércio de Ferramentas Diamantadas Ltda.

Pela doação das pontas impregnadas por diamante.

Calheiros FC. Influência da dose de energia sobre o grau de conversão, tensão de polimerização, propriedades mecânicas e microinfiltração *in vitro* de restaurações em compósito [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

RESUMO

Proposição: O objetivo deste trabalho foi verificar a influência da dose de energia aplicada a um compósito resinoso sobre seu grau de conversão (GC), tensão de polimerização (TP), velocidade máxima de reação (R_p^{\max}), propriedades mecânicas (resistência à flexão/RF, módulo de elasticidade/ME, dureza Knoop/KHN) e microinfiltração de restaurações *in vitro* confeccionadas com dois tipos de sistema adesivo. *Material e métodos:* Um compósito experimental foi manipulado na proporção em peso de 1:1 de BisGMA e TEGDMA e 75% de carga inorgânica. O compósito foi submetido a doses de 3, 6, 12, 24 e 48 J/cm² com irradiância constante de 500 mW/cm². GC e R_p^{\max} foram monitorados durante 10 min após o início da fotoativação através de FTIR-ATR em filmes com 150 µm de espessura (simulando a superfície irradiada) e na base de discos com 2 mm de altura. Após 48 h de armazenamento a seco em temperatura ambiente, novas medidas de GC foram feitas nesses espécimes. TP foi monitorada durante 10 min em espécimes com 1 ou 2 mm de altura construídos entre dois bastões de vidro (Ø=5 mm) presos às garras de uma máquina de ensaios universal. RF e ME em espécimes com 10x2x1 mm foram determinados através de ensaio de flexão em três pontos. Fragmentos dos espécimes do teste de RF foram utilizados para análise de KHN (topo e base) após 48 h. KHN aos 10 min foi determinada no topo e na base dos corpos-de-prova com 1 ou 2 mm de espessura e 5 mm de

diâmetro. A microinfiltração foi avaliada em cavidades cilíndricas ($\varnothing=5$ mm e 2 mm profundidade) com término em esmalte confeccionadas na face vestibular de incisivos bovinos preenchidas em incremento único. Foram utilizados os sistemas adesivos Adper Single Bond 2 (SB) e Adper Prompt (PR). Após armazenamento em água destilada por 48 h a 37°C, os dentes foram submetidos ao protocolo de microinfiltração com solução de 50% de AgNO_3 . As cavidades foram seccionadas com dois cortes perpendiculares entre si para análise da microinfiltração máxima, média (em mm) e do número de faces apresentando a solução traçadora na interface. Dados foram avaliados através de ANOVA de fator único ou fator duplo (microinfiltração). GC e KHN entre topo e base foram avaliados utilizando o teste 't' de Student. *Resultados:* Para GC aos 10 min, foram encontradas diferenças significantes no GC/topo entre todos os grupos, exceto entre 24 e 48 J/cm^2 . Para GC/base, houve diferenças significantes entre todos os grupos. Para GC/topo 48 h, houve diferença entre todos os níveis, exceto entre 6 e 12 J/cm^2 e entre 24 e 48 J/cm^2 . Para GC/base 48 h, foram verificados aumentos significantes entre todos os níveis de energia. O teste 't' revelou existir diferenças significantes entre topo e base em todos os níveis de energia para GC 10 min, enquanto que para GC 48 h não houve diferença entre topo e base em nenhum dos níveis. Para os resultados de TP, houve diferenças significantes nos espécimes de 1 mm, exceto entre 12 e 24 J/cm^2 . Nos espécimes com 2 mm foi observada diferença significativa entre todos os níveis de energia. Não foi possível obter dados de TP para 48 J/cm^2 devido à ocorrência de fratura nos bastões de vidro. R_p^{max} foi estatisticamente semelhante para todos os grupos no topo e na base do compósito. O teste 't' não revelou diferenças entre topo e base para nenhuma das doses. RF e ME mostraram diferenças significantes entre os grupos, exceto entre

12 e 24 J/cm² e entre 24 e 48 J/cm² para RF. KHN aos 10 min mostrou diferenças significantes entre os grupos, exceto entre 3 e 6 J/cm² na superfície não-irradiada de espécimes com 2 mm. Houve diferença entre dureza topo e base aos 10 min em espécimes com 2 mm para 3 e 6 J/cm². KHN/topo 48 h mostrou diferenças entre todos os grupos. Para a base houve semelhança estatística entre 3 e 6 J/cm². Diferenças significantes entre topo e base foram detectadas para 3, 6 e 12 J/cm². A microinfiltração média foi influenciada pelo tipo de sistema adesivo (SB<PR) e pela dose. A infiltração máxima foi influenciada apenas pela dose. Foi verificada uma forte correlação entre TP e microinfiltração para SB. *Conclusões:* Resultados sugerem que a melhor solução de compromisso entre o máximo desempenho (grau de conversão e propriedades mecânicas) e a menor ocorrência de microinfiltração e menor desenvolvimento de tensões de polimerização foi obtida com doses não superiores a 24 J/cm².

Palavras-Chave: compósitos - tensão de polimerização - propriedades mecânicas
grau de conversão - dose de energia

Calheiros FC. Influence of the radiant exposure on the degree of conversion, polymerization stress, mechanical properties and *in vitro* microleakage of composite restorations [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2006.

ABSTRACT

Proposition: The aim of this study was to verify the influence of radiant exposure applied to a composite on the degree of conversion (DC), polymerization stress (PS), maximum rate of reaction (R_p^{\max}), mechanical properties (flexural strength/FS, elastic modulus/E, Knoop hardness/KHN) and microleakage of *in vitro* restorations using two adhesive systems. *Methods:* An experimental composite 1:1 (wt%) of BisGMA and TEGDMA and 75 wt% of inorganic filler was subjected to radiant exposures of 3, 6, 12, 24 and 48 J/cm² under constant irradiance of 500 mW/cm². DC and R_p^{\max} were monitored for 10 min after photoactivation by FTIR-ATR in 150- μ m thick films (simulating the irradiated surface) and at the bottom of 2 mm thick disks. After 48 h dry storage at room temperature, a new set of DC measurements was undertaken. PS was recorded for 10 min in specimens 1 or 2 mm high built between two glass rods ($\varnothing=5$ mm) attached to the clamps of an universal testing machine. FS and E were determined by three-point bending test in 10x2x1 mm specimens. Fragments from FS specimens were used to determine KHN (top and bottom) after 48. KHN at 10 min was determined at the top and bottom of specimens 1 or 2 mm thick and 5 mm in diameter. Microleakage was evaluated in cylindrical preparations ($\varnothing=5$ mm and 2 mm deep) on the buccal aspect of bovine incisors with enamel margins, restored in bulk. The adhesive systems used were Adper Single Bond 2 (SB) and

Adper Prompt (PR). After 48 h storage in water at 37°C, teeth were submitted to the 50% AgNO₃ microleakage protocol. Restorations were sectioned in two planes, perpendicular to each other to determine the maximum and mean microleakage (in mm) and the number of surfaces presenting dye penetration at the interface. Results were submitted to one-way ANOVA for all tests, except for microleakage, where a two-way ANOVA was performed. DC and KHN at top and bottom were compared using Student's t-test. *Results:* For DC at 10 min, significant differences were found for DC/top, except between 24 and 48 J/cm². For DC/bottom at 10 min there were significant differences among all groups. For DC/top at 48 h, differences were observed among all radiant exposure levels, except between 6 and 12 J/cm² and between 24 and 48 J/cm². For the bottom, significant increases in DC were verified among all energy levels. T-test showed statistical differences between top and bottom at all radiant exposure levels for DC at 10 min, while for DC at 48 h no difference was observed between top and bottom in neither of the levels. PS showed differences when the 1 mm specimens were considered, except between 12 and 24 J/cm². In the 2 mm specimens, significant differences were observed among all energy levels. It was not possible to obtain PS data at 48 J/cm² due to fracture of the glass rods. R_p^{max} was statistically similar for all groups on the top and bottom of the specimens. T-test did not show differences at the top and bottom for none radiant exposures applied. FS and E showed significant differences among all groups, except between 12 and 24 J/cm² and between 24 and 48 J/cm² for FS. KHN at 10 min showed significant differences among groups, except between 3 and 6 J/cm² on the non-irradiated surface of 2 mm specimens. T-test showed differences for KHN on the top and bottom for 3 and 6 J/cm². KHN/top at 48 h was significantly

different for all groups. For the bottom, 3 and 6 J/cm² were equivalent. T-test showed statistical difference between top and bottom for 3, 6 and 12 J/cm². Mean microleakage was influenced by the adhesive system (SB<PR) and by the radiant exposure. Maximum microleakage was influenced only by the radiant exposure. A strong correlation was found between PS and microleakage for SB. *Conclusions:* Results suggest that the best alternative between maximum degree of conversion and mechanical properties and lowest microleakage and polymerization stress development was obtained with radiant exposures not higher than 24 J/cm².

Keywords: composites –polymerization stress - mechanical properties – degree of conversion – energy dose

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	15
2 REVISÃO DA LITERATURA	18
2.1 Relação entre dose de energia e tensão de polimerização	18
2.2 Tensão de polimerização e microinfiltração	21
2.3 Grau de conversão e propriedades mecânicas	24
3 PROPOSIÇÃO	26
4 MATERIAL E MÉTODOS	28
4.1 Delineamento experimental	28
4.2 Formulação do compósito e determinação dos grupos experimentais em função da dose de energia	29
4.3 Grau de conversão e cinética da polimerização	30
4.4 Tensão de polimerização	33
4.5 Microinfiltração	35
4.6 Resistência à flexão e módulo de elasticidade em flexão	38
4.7 Dureza Knoop	41
4.8 Análise estatística	43
5 RESULTADOS	45
5.1 Tensão de polimerização, grau de conversão (10 min) e velocidade máxima de reação (R_p^{\max}) em espécimes com 2 mm de altura	45
5.2 Microinfiltração, tensão de polimerização em corpos-de-prova com 1 mm de altura e dureza Knoop aos 10 min (em corpos-de-prova com 1 mm e 2 mm de altura)	47
5.3 GC e propriedades mecânicas determinados após 48 h em espécimes com 1 mm de altura	53
6 DISCUSSÃO	58
6.1 Influência da dose de energia sobre a tensão de polimerização, grau de conversão (10 min) e velocidade máxima de reação (R_p^{\max})	58

6.2 Influência da dose de energia sobre a microinfiltração <i>in vitro</i>, tensão de polimerização e dureza Knoop (10 min).....	60
6.3 Influência da dose de energia sobre as propriedades mecânicas e GC	65
7 CONCLUSÕES	70
REFERÊNCIAS	71
ANEXO	81

1 INTRODUÇÃO

Nos últimos anos, o conhecimento obtido sobre os fatores que influenciam o grau de conversão de materiais poliméricos criou um consenso entre os clínicos no que se refere à utilização de altas doses de energia na fotoativação de compósitos resinosos. Esta tendência surgiu pelo fato de diversos autores terem demonstrado que o grau de conversão (GC) e, conseqüentemente, as propriedades físico-químicas dos polímeros estão diretamente relacionadas com a energia total (dose = irradiância x tempo de irradiação) fornecida ao material (EMAMI; SODERHOLM, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002; KIRKPATRICK, 2005). Entretanto, a relação entre dose e GC não é linear (CALHEIROS et al., 2004; SAKAGUCHI; BERGE, 1998). Com isso, acima de determinada dose, tornar-se-ia inviável a obtenção de aumentos significantes na conversão do compósito. Esta relação não-linear entre dose e grau de conversão é clinicamente relevante uma vez que, havendo a estabilização da conversão, possivelmente as propriedades mecânicas do material também não melhorariam significantemente. De fato, estudos prévios relataram uma relação não-linear entre dose de energia e certas propriedades mecânicas como resistência à flexão e módulo de elasticidade (CALHEIROS et al., 2006; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005; SAKAGUCHI; FERRACANE, 2001). Por outro lado, foi demonstrado que o desenvolvimento de tensões de polimerização torna-se crítico próximo ao grau de conversão limite (BRAGA; FERRACANE, 2002; CALHEIROS et al., 2004; LU; STANSBURY; BOWMAN, 2004).

Quando o compósito se encontra em situação de confinamento, sua contração volumétrica é restringida pela adesão às paredes cavitárias. Com isso, a polimerização é acompanhada pelo desenvolvimento de tensões na interface dente/restauração que podem comprometer a durabilidade da restauração (BRAGA; FERRACANE, 2004; CHOI; CONDON; FERRACANE, 2000; DAUVILLIER; AARNTS; FEILZER, 2000; JORGENSEN; ASMUSSEN; SHIMOKOBE, 1975; KANCA; SUH, 1999; KEMP-SCHOLTE; DAVIDSON, 1988, 1990). Durante a reação de polimerização, com o aumento do grau de conversão, o material inicialmente viscoso (fase pré-gel) passa a apresentar comportamento predominantemente elástico (fases pós-gel e pós-vitrificação) e sua capacidade de acomodação da redução de volume (com conseqüente alívio de tensões) é drasticamente reduzida. Conseqüentemente, mesmo com uma menor velocidade de reação decorrente da menor mobilidade do meio da reação próximo ao grau de conversão limite, o aumento da rigidez polimérica associado à contração volumétrica continua promovendo o desenvolvimento de tensões na interface adesiva (BRAGA; FERRACANE, 2002).

Diante disto, a determinação da dose a ser fornecida ao material deveria ser definida não apenas com vistas à otimização de suas propriedades, mas também objetivando o menor desenvolvimento de tensões de polimerização possível. Valores de dose encontrados na literatura variam de forma surpreendente. Alguns estudos citam valores mínimos com base em propriedades mecânicas e grau de conversão na superfície da restauração da ordem de 5 ou 6 J/cm² (VANDEWALLE et al., 2004; VERSLUIS; TANTBIROJN; DOUGLAS, 2004). Outros autores avaliando grau de conversão, resistência à flexão, à compressão e à tração diametral, recomendam

valores mais elevados, entre 12 e 15 J/cm² (CALHEIROS et al., 2006; LEE; GREENER, 1994).

Com o exposto, considerando-se a existência de uma relação desfavorável entre grau de conversão e tensão de polimerização, potencialmente prejudicial à integridade da interface adesiva, associada à evidências na literatura de que as propriedades mecânicas não estão linearmente relacionadas ao grau de conversão, existe a necessidade de se avaliar a influência da dose de energia fornecida ao compósito durante a fotoativação conjuntamente sobre o grau de conversão, as propriedades mecânicas e o desenvolvimento de tensões de polimerização.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Relação entre dose de energia e tensão de polimerização

Durante o processo de polimerização dos compósitos resinosos, ocorre a transformação do material inicialmente viscoso para um estado sólido visco-elástico, acompanhada por redução de volume e aumento da rigidez. Clinicamente, pelo fato deste processo ocorrer com o compósito confinado entre as paredes cavitárias, são geradas tensões na interface dente/restauração. Os fatores responsáveis pela magnitude e velocidade do desenvolvimento destas tensões vêm sendo bastante estudados nos últimos anos. Dentre eles, a energia total (*radiant exposure*, H) fornecida ao compósito na fotoativação merece atenção especial (CALHEIROS et al., 2004; EMAMI; SODERHOLM; BERGLUND, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002).

Altas doses de energia são utilizadas corriqueiramente para a obtenção de graus de conversão elevados. Foi verificado *in vitro* que a conversão insuficiente pode promover reações alérgicas ou estimular o crescimento bacteriano ao redor de restaurações em compósito (CARMICHAEL; GIBSON; WALLS, 1997; HANSEL et al., 1998). Além disso, monômeros residuais poderiam agir como plastificantes capazes de comprometer as propriedades mecânicas do material. Portanto, altas doses de energia são utilizadas no intuito de se obter o melhor desempenho clínico possível. Porém, a relação entre grau de conversão e dose não é linear, existindo

uma tendência de nivelamento da conversão com a utilização de doses elevadas (CALHEIROS et al., 2004; SAKAGUCHI; BERGE, 1998).

A relação entre grau de conversão e tensão de polimerização também não é linear (BRAGA; FERRACANE, 2002; LU; STANSBURY; BOWMAN, 2004; LU et al., 2004). No primeiro estudo publicado avaliando a relação entre estas variáveis (BRAGA; FERRACANE, 2002), a utilização de doses entre 2,8 e 22 J/cm² (obtidas através da variação dos tempos de fotoativação) resultou em valores de tensão de polimerização entre 3,1 e 9,5 MPa. Um aspecto digno de nota foi que o maior aumento na tensão e o menor incremento no grau de conversão foram observados entre as duas doses mais altas. Estes achados foram confirmados em um estudo posterior (LU; STANSBURY; BOWMAN, 2004) onde com doses entre 0,9 e 27 J/cm², o grau de conversão final variou entre 41 e 68%, enquanto que a tensão de polimerização variou entre 0,03 e 2,9 MPa. O aumento da tensão de polimerização com a dose fornecida ao compósito é explicado pela maior produção de radicais livres, levando a um maior grau de conversão que, por sua vez, resulta em aumento da contração volumétrica e do módulo de elasticidade do material. Nos estudos citados, foi observada uma correlação exponencial entre tensão de polimerização e grau de conversão, onde em níveis próximos ao grau de conversão limite, pequenos incrementos no grau de conversão produziram aumentos significantes na tensão de polimerização. Estes achados podem ser explicados pelo fato de que, após atingir o estágio de vitrificação, a relaxação das cadeias poliméricas se torna limitada, levando a um aumento dramático das tensões (BRAGA; FERRACANE, 2002; LU; STANSBURY; BOWMAN, 2004; LU et al., 2004).

Quando doses elevadas são conseguidas através da irradiação por tempos prolongados, outro fator importante a ser considerado é o calor transmitido ao

compósito, principalmente com a utilização de fotopolimerizadores com lâmpadas de QTH (quartzo-tungstênio-halogênio) (SCHNEIDER et al., 2006; TARLE et al., 2006). Este tipo de lâmpada promove elevações de temperatura ao redor de 17°C na superfície do substrato dentário (HOFMANN; HUGO; KLAIBER, 2002; NOMOTO; MCCABE; HIRANO, 2004). É sabido que durante a polimerização temperaturas elevadas aumentam a mobilidade dos radicais livres e das cadeias do polímero, aumentando a velocidade da reação (ANDRZEJEWSKA, 2001; LOVELL; NEWMAN; BOWMAN, 1999). Um estudo recente avaliando o efeito de diferentes temperaturas na polimerização de um compósito comercial demonstrou que o pré-aquecimento do material melhorou seu grau de conversão e possibilitou um menor tempo de fotoativação (DARONCH et al., 2006). Alguns autores, avaliando o aumento de temperatura gerado na superfície do esmalte sob diferentes tempos de irradiação, observaram que para uma lâmpada halógena com irradiância de aproximadamente 377 mW/cm² houve um aumento de 4,2°C entre 10 e 40 segundos de exposição da luz (NOMOTO; MCCABE; HIRANO, 2004). Uma vez que a utilização de longos tempos de irradiação está associada a um maior desenvolvimento de calor durante a fotoativação, seria lícito supor que doses de energia elevadas poderiam aumentar o grau de conversão do compósito não apenas pela maior geração de radicais livres, mas também pelo aumento da mobilidade do meio de reação. O maior grau de conversão somado ao aumento da velocidade da reação poderia contribuir para um maior desenvolvimento de tensões durante a polimerização.

2.2 Tensão de polimerização e microinfiltração

Estudos clínicos avaliando restaurações diretas de compósitos resinosos por períodos de até sete anos têm demonstrado que seu desempenho ainda é deficiente quanto aos parâmetros indicadores da qualidade da interface dente/restauração (por exemplo, descoloração marginal, presença de fendas e cáries secundárias) (ERNST et al., 2003; MANHART et al., 2000; SAKRANA et al., 2004; TURKUN; AKTENER; ATES, 2003; TYAS; BURROW, 2002). Uma das possíveis causas para a perda de integridade marginal é a tensão desenvolvida pelo compósito durante a reação de polimerização. Quando a tensão transmitida para a camada adesiva supera a resistência de união obtida com o sistema adesivo, podem ocorrer áreas de rompimento da interface, com aumento do risco de microinfiltração, sensibilidade pós-operatória e cáries secundárias (BRAGA; FERRACANE, 2004).

Estudos *in vitro* mostraram uma correlação linear positiva entre tensão de polimerização e microinfiltração de restaurações classe V com término em esmalte (CALHEIROS et al., 2004; FERRACANE; MITCHEM, 2003). No primeiro estudo citado, foram avaliados quatro compósitos comerciais com diferentes porcentagens de carga, sendo dois deles, segundo informações dos respectivos fabricantes, com baixa contração volumétrica. Foi observado existir maior desenvolvimento de tensões e microinfiltração para os compósitos com maior quantidade de carga. Os autores discutiram que, provavelmente, a maior quantidade de carga incorporada com o objetivo de diminuir a contração volumétrica do material seria responsável por um aumento do módulo de elasticidade que, conseqüentemente, produziria maiores tensões de polimerização.

Clinicamente, é interessante que o compósito obtenha o maior grau de conversão possível para otimizar as propriedades mecânicas do material e reduzir sua solubilidade (PEARSON; LONGMAN, 1989; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2000). A dose de energia fornecida ao compósito é o fator determinante do grau de conversão dos compósitos sob controle do clínico (EMAMI; SODERHOLM, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002; LOHBAUER et al., 2005). Entretanto, com a utilização de altas doses de energia pode-se esperar um aumento nos valores da tensão de polimerização o que pode contribuir para a perda de integridade marginal da restauração. Uma alternativa para se tentar preservar a integridade da interface adesiva e reduzir a possibilidade de microinfiltração seria utilizar um sistema adesivo com resistência de união e/ou elasticidade suficientes para suportar ou dissipar as tensões transmitidas para a interface (CHOI; CONDON; FERRACANE, 2000; FRITZ; FINGER, 1999; HASHIMOTO et al., 2004; OKUDA et al., 2002). Um estudo recente avaliando a influência de sistemas adesivos, dimensão da cavidade e técnica de inserção sobre a microinfiltração de restaurações *in vitro* demonstrou que o sistema adesivo tem influência significativa na microinfiltração de restaurações em compósito. Os autores avaliaram a microinfiltração em cavidades com volumes bastante diferentes (7,1 e 56,5 mm³) e fatores-C semelhantes (2,3). Nas restaurações maiores, que supostamente desenvolvem tensões mais elevadas, foi observada maior microinfiltração com a utilização de um adesivo à base de água e etanol quando comparado a outro sistema cujo solvente era apenas etanol. Porém, nas restaurações pequenas não foram observadas diferenças na microinfiltração com os dois sistemas adesivos (COSTA PFEIFER; BRAGA; CARDOSO, 2006).

A relação entre resistência de união e microinfiltração é muito controversa. Estudos prévios não encontraram uma relação entre essas duas variáveis (CENCI;

DEMARCO; DE CARVALHO, 2005; GUZMAN-RUIZ et al., 2001). No entanto, um estudo avaliando a durabilidade de interfaces adesivas por nove meses relatou existir uma forte correlação linear positiva entre microtração e microinfiltração (OKUDA et al., 2002). Valores de resistência adesiva em dentina avaliadas por microtração mostram uma grande variabilidade dependendo do material estudado (GORACCI et al., 2004; PERDIGAO et al., 2005; TANUMIHARJA; BURROW; TYAS, 2000; TOLEDANO et al., 2003). A maioria dos estudos de resistência de união reportam baixos valores de resistência para os sistemas auto-condicionantes (conhecidos como sistemas *all-in-one*), quando comparados aos sistemas adesivos que utilizam o ácido fosfórico como agente condicionante (*etch and rinse*) (ATEYAH; ELHEJAZI, 2004; GORACCI et al., 2004; SADEK et al., 2006; YESILYURT; BULUCU, 2006). Uma tendência semelhante pode ser observada em estudos de microinfiltração. Mesmo considerando a variabilidade intrínseca associada ao teste de microinfiltração, tem sido demonstrado um desempenho inferior dos sistemas adesivos simplificados. Um estudo *in vitro*, observou que o adesivo auto-condicionante avaliado (Etch & Prime 3.0) foi menos eficiente na prevenção de microinfiltração de restaurações classe II quando comparado aos sistemas utilizando condicionamento ácido prévio (ARIAS; CAMPOS; PIMENTA, 2004). Outros autores confirmaram este pior desempenho dos sistemas auto-condicionantes através de um estudo *in vivo* que avaliou a microinfiltração e a micromorfologia da interface em restaurações classe V (KOLINIOTOU-KOUMPIA; DIONYSOPOULOS; KOUMPIA, 2004).

2.3 Grau de conversão e propriedades mecânicas

Conforme mencionado anteriormente, a existência de uma correlação positiva entre grau de conversão de compósitos resinosos e suas propriedades físico-químicas (CARMICHAEL; GIBSON; WALLS, 1997; COOK; JOHANNSON, 1987; FERRACANE; GREENER, 1986; FERRACANE; CONDON, 1992; FERRACANE et al., 1997; HANSEL et al., 1998) conduzem clínicos a empregar doses de energia elevadas durante a fotoativação através de altas irradiâncias e/ou longos tempos de exposição (EMAMI; SODERHOLM, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002; KIRKPATRICK, 2005).

Entretanto, alguns estudos avaliando o grau de conversão de compósitos submetidos a valores doses variadas (entre 0,5 e 56 J/cm²) demonstraram que a relação entre essas duas variáveis não é linear, existindo uma tendência de estabilização dos valores de GC a partir de 10 J/cm² (EMAMI; SODERHOLM, 2003; LOVELL et al., 2003; SAKAGUCHI; BERGE, 1998). Isto poderia sugerir que as propriedades mecânicas dos compósitos resinosos também não melhorariam de forma significativa mesmo com a utilização de altas doses de energia.

Valores entre 21-24 J/cm² têm sido indicados para a obtenção de polimerização homogênea em incrementos de até 2 mm (RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CURTIS JR, 1994; SOBRINHO et al., 2000). Um estudo prévio analisando o grau de conversão de três compósitos imediatamente após a polimerização (YOON et al., 2002) relatou não haver diferença significativa do grau de conversão para espessuras de até 2 mm de compósito utilizando doses de 8 e 16 J/cm². Da mesma forma, um estudo mais recente mostrou valores de grau de

conversão semelhantes com doses entre 4 e 24 J/cm² na superfície oclusal de restaurações *in vitro* (VANDEWALLE et al., 2004). Um outro estudo observou não haver aumento significativo no grau de conversão acima de 27 J/cm² (CALHEIROS et al., 2004). Entretanto, não existe na literatura um consenso no que se refere aos valores mínimos necessários para se obter propriedades mecânicas satisfatórias (LEE; GREENER, 1994; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CURTIS JR, 1994; SOBRINHO et al., 2000; VANDEWALLE et al., 2004; VERSLUIS; TANTBIROJN; DOUGLAS, 2004). Alguns estudos mostram que na superfície de uma restauração doses tão reduzidas quanto 4 ou 6 J/cm² seriam suficientes para se obter valores de dureza satisfatórios (VANDEWALLE et al., 2004; YAP; SENEVIRATNE, 2001). Outros autores, porém, avaliando resistência à tração diametral e resistência à compressão de diferentes compósitos, observaram que doses abaixo de 12 J/cm² comprometeriam o desempenho mecânico do material (LEE; GREENER, 1994).

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar em um compósito experimental a influência de diferentes doses de energia (3, 6, 12, 24 e 48 J/cm²) sobre:

3.1. a tensão de polimerização, grau de conversão inicial (determinado 10 min após o início da fotoativação) e velocidade máxima de reação. A hipótese de trabalho foi que a tensão de polimerização aumentaria com a dose de energia empregada devido ao aumento do grau de conversão e, possivelmente, da velocidade de reação.

3.2. a microinfiltração de restaurações *in vitro* utilizando dois sistemas adesivos. A hipótese de trabalho foi que a severidade da microinfiltração estaria diretamente relacionada à dose de energia fornecida ao compósito (pelo aumento da tensão de polimerização), bem como ao sistema adesivo utilizado.

3.3. o grau de conversão, resistência à flexão, módulo de elasticidade em flexão e microdureza Knoop determinados após 48 horas de armazenamento. A hipótese de trabalho foi que existiria um valor limite para a dose de energia fornecida ao compósito a partir do qual grau de conversão e propriedades mecânicas não aumentariam de forma significativa.

Desta forma, tentou-se estabelecer para o compósito testado a dose de energia que representasse a melhor solução de compromisso entre o máximo grau

de conversão e propriedades mecânicas com o mínimo desenvolvimento de tensões de polimerização e microinfiltração.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

A parte experimental do trabalho foi dividida em três grandes grupos a fim de verificar as hipóteses descritas na proposição. Primeiramente, foram feitos os testes de tensão de polimerização e grau de conversão imediato (10 minutos) em espécimes com 2 mm de espessura, no intuito de correlacionar estas duas variáveis. Além disso, foi avaliada a velocidade máxima de reação (R_p^{\max}) para observar uma possível influência do tempo de fotoativação sobre a velocidade de reação (devido ao aquecimento do compósito).

No segundo conjunto de experimentos, foi avaliada a microinfiltração em restaurações com 2 mm de profundidade confeccionadas com dois sistemas adesivos diferentes. Os resultados foram confrontados com valores de tensão de polimerização desenvolvidos por espécimes com 1 mm de espessura e fator-C semelhante ao das restaurações. Ainda neste grupo, com o objetivo de observar a homogeneidade de cura (que poderia ter influência sobre o desenvolvimento de tensões e a microinfiltração), foram feitas análises da dureza Knoop imediata (aos 10 minutos) no topo e na base de espécimes com a mesma espessura e volume das restaurações testadas.

Por fim, um terceiro grupo incluiu análise, após 48 horas de armazenamento, do grau de conversão, resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza Knoop

do compósito com o objetivo de correlacionar suas propriedades mecânicas com o seu grau de conversão.

No texto abaixo, optamos por descrever os procedimentos experimentais como itens isolados, enquanto que na descrição dos resultados e na discussão, dados provenientes dos diversos experimentos serão agrupados de acordo com os objetivos específicos de cada uma das três divisões deste estudo.

4.2 Formulação do compósito e determinação dos grupos experimentais em função da dose de energia

Em todos os experimentos, foi utilizado um compósito experimental preparado com uma mistura de BisGMA (dimetacrilato de glicidila bisfenol A ou 2,2-bis[4-(2-hidróxi-3-metilacriloxipropoxi)fenil]-propano) e TEGDMA (dimetacrilato de trietileno glicol) (Esstech, Essington, PA) na proporção em peso de 1:1, correspondendo a uma proporção molar de 36,7% de BisGMA e 63,3% de TEGDMA. Foram adicionados à mistura canforquinona (fotoiniciador, Sigma Aldrich Brasil Ltda), DMAEMA (metacrilato de 2-dimetilamino etila 98%, co-iniciador, Sigma Aldrich) e BHT (hidroxitolueno butilado cristalino, inibidor, Sigma Aldrich) na proporção de 0,5% em peso cada. Além disso, foram adicionadas 5% em peso de partículas de sílica coloidal (0,04 μm , Aerosil DT 4 e VP DT 5, Degussa Brasil Ltda) e 70% em peso de partículas de vidro de bário (2 μm , Vigodent, Rio de Janeiro, Brasil).

Para todos os testes foi utilizado um aparelho fotopolimerizador com lâmpada de quartzo-tungstênio-halogênio (VIP Junior, BISCO, Schaumburg, IL, EUA). A irradiância do aparelho foi aferida periodicamente com auxílio de um radiômetro (Curing Radiometer, modelo 100 P/N 10503, Demetron/Kerr, Danbury, CT, USA) e inicialmente também através de um espectrômetro (DAS 2100, Labsphere Inc., N. Sutton, NH, USA). A irradiância que efetivamente atingiu a superfície do compósito aferida através do radiômetro foi de 500 mW/cm^2 . Este valor correspondeu no espectrômetro a uma irradiância de 759 mW/cm^2 . Foi utilizada uma ponta com diâmetro do feixe de fibras ópticas de 10 mm. Nos casos em que a fotoativação foi realizada através de um bastão de vidro, foi utilizada uma ponta com diâmetro do feixe de fibras ópticas de 7 mm (ponta “turbo”). Considerando-se a irradiância obtida no radiômetro, diferentes tempos de exposição foram definidos (6, 12, 24, 48 e 96 s) a fim de se obter doses de energia de 3, 6, 12, 24 e 48 J/cm^2 .

4.3 Grau de conversão e cinética da polimerização

O grau de conversão e a cinética de polimerização foram determinados em tempo real durante 10 min e após 48 h de armazenagem utilizando espectroscopia infravermelha com transformada de Fourier (FTIR) (Digilab FTS-40, Bio-Rad, Cambridge, MA, USA, Figura 4.1), com uma unidade de refletância total atenuada (ATR) acoplada ao sistema (MKII Golden Gate, SPECAC Inc., Smyrna, GA, EUA).

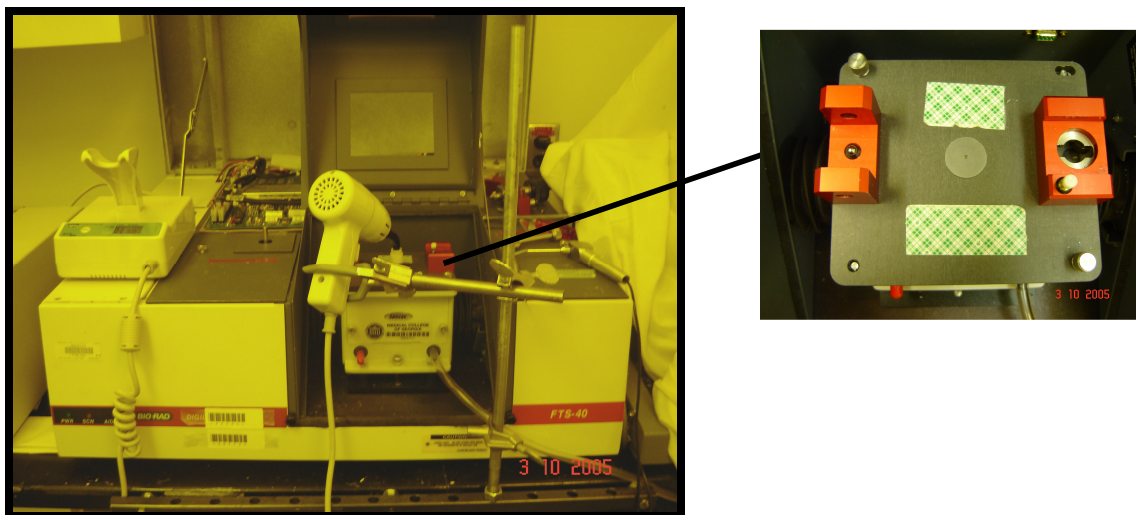


Figura 4.1 – Montagem do equipamento de FTIR-ATR para análise do GC em tempo real. No detalhe, a placa de ATR com diamante no centro sobre o qual era colocado o compósito

Para a determinação do grau de conversão a 2 mm de profundidade, anéis de latão (6 mm de diâmetro e 2 mm de altura) foram posicionados sobre a plataforma de ATR do FTIR e preenchidos com o compósito não-polimerizado. A superfície do compósito foi coberta com uma tira de matriz de poliéster (0,08 mm de espessura, Mylar tipo D, Du Pont, Wilmington, DE, USA) através da qual foi feita a fotoativação. Desta forma, a superfície oposta à irradiação que simulava a base da restauração (em contato com a placa de ATR) era monitorada pelo sistema.

A conversão na superfície irradiada foi simulada dispensando-se aproximadamente 1 ml de compósito não-polimerizado sobre o diamante da placa de ATR do FTIR. O material foi coberto com uma tira de poliéster e pressionado com uma lâmina de microscópio até obter-se um filme fino e plano de aproximadamente 150 μm (Figura 4.2), medido posteriormente à fotopolimerização com paquímetro digital (Digimatic Caliper CD-6" OS, Mitutoyo Corp., Japão). Em seguida, a lâmina de vidro foi removida e a fotoativação realizada através da tira de poliéster.

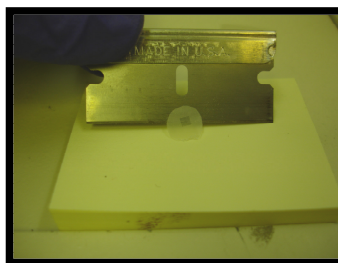


Figura 4.2 - Filme de compósito que simulava a superfície irradiada (após polimerização)

Foram confeccionados três corpos-de-prova em cada grupo experimental. A análise cinética do grau de conversão foi feita durante 10 minutos. Após 48 h de armazenagem a seco em temperatura ambiente, os mesmos corpos-de-prova foram novamente analisados. A polimerização dos corpos-de-prova foi realizada através do bastão de vidro de modo a simular as condições do teste de tensão de polimerização (Figura 4.3).

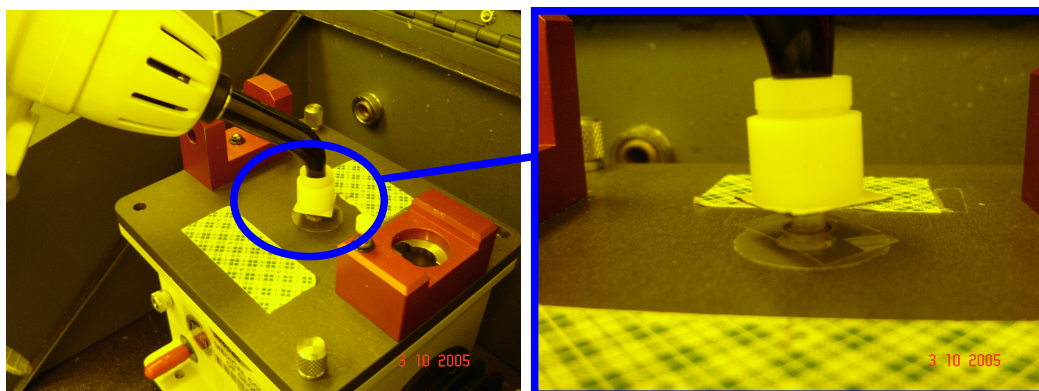


Figura 4.3 – Posicionamento da ponta do fotopolimerizador para ativação do compósito através do bastão de vidro

O espectro infravermelho foi coletado primeiramente no modo de cinética, na velocidade de uma varredura por segundo, durante 605 segundos. As quatro primeiras varreduras coletadas serviram para fornecer o espectro de absorção da resina não-polimerizada (utilizado para o cálculo do grau de conversão). Na quinta

varredura, o fotopolimerizador foi acionado. Foi feita a co-adição de 16 varreduras na resolução de 2 cm^{-1} entre 1680 cm^{-1} e 1550 cm^{-1} . O grau de conversão e velocidade máxima de polimerização foram calculados a partir dos espectros obtidos para o topo e a base (Figura 4.4). A razão entre as bandas de absorção referentes às duplas ligações carbônicas alifáticas (1640 cm^{-1}) e aromáticas (1610 cm^{-1}) do compósito não-polimerizado e polimerizado foi utilizada para o cálculo do grau de conversão (FERRACANE; GREENER, 1984; RUEGGERBERG; HASHINGER; FAIRHURST, 1990; RUYTER; SVENDSEN, 1978).

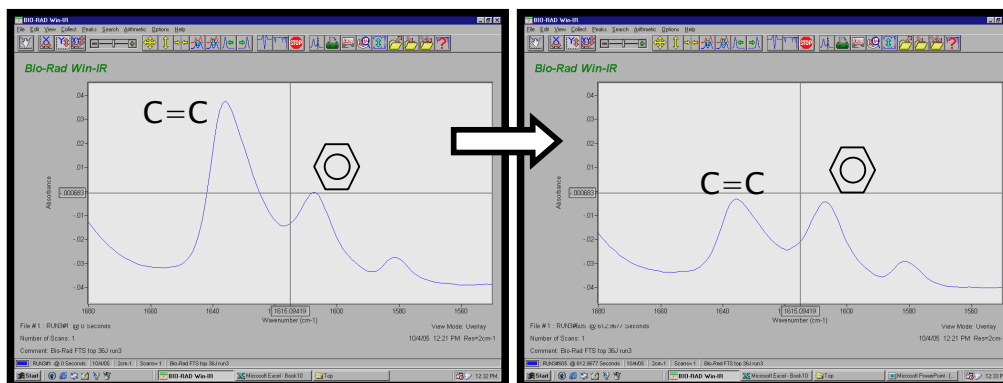


Figura 4.4 – Espectros mostrando as bandas referentes às duplas ligações carbônicas alifáticas e aromáticas para o compósito não-polimerizado (lado esquerdo) e polimerizado (lado direito)

4.4 Tensão de polimerização

Bastões de vidro de silicato de boro (Pyrex®), com 5mm de diâmetro e 13 mm ou 40 mm de comprimento tiveram as bases planificadas em lixa de granulação 180 e jateadas com óxido de alumínio ($250\ \mu\text{m}$). Posteriormente, foi feita aplicação de

um composto silânico (Dentsply, Rio de Janeiro, Brasil) e de uma camada de resina sem carga (Scotchbond Multi Uso Plus frasco 3, 3M ESPE, USA), a qual foi fotopolimerizada por 30 segundos. Em seguida, um bastão de 40 mm foi preso na garra superior da máquina de ensaios (modelo 5565, Instron, Canton, MA, EUA). Outro bastão, com 13 mm de altura, foi fixado no orifício de um dispositivo de aço inox preso à garra inferior da máquina. Este dispositivo possuía uma abertura permitindo que a ponta do fotopolimerizador ficasse em contato com a base do cilindro de vidro (Figura 4.5). O compósito foi então aplicado entre as superfícies dos bastões de vidro e a distância entre essas superfícies ajustada para 1 ou 2 mm. Desta forma, a relação área aderida/área livre (fator de configuração) dos espécimes foi de 2,5 ou 1,25, respectivamente. A distância entre as superfícies de colagem dos bastões de vidro foi mantida constante acoplando-se um extensômetro ao sistema (modelo 2630-101, Instron). Com ele, a aproximação das superfícies coladas devido à contração de polimerização manifestada no longo eixo do corpo-de-prova era continuamente compensada pela movimentação da extremidade ativa da máquina de ensaios no sentido oposto, com precisão de 0,1 μm .

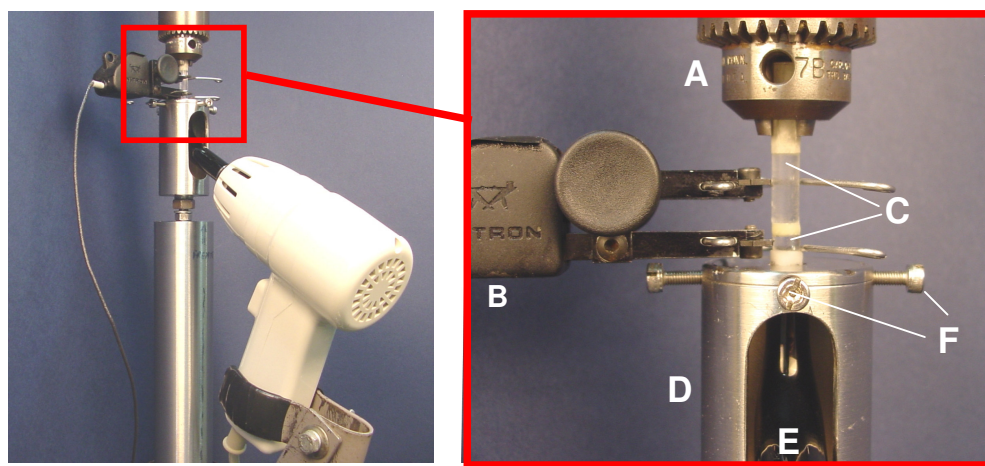


Figura 4.5 - Montagem do teste de tensão. A: Garra da máquina ligada à célula de carga. B: Extensômetro. C: Bastões de vidro. D: Dispositivo metálico para entrada da ponta do fotopolimerizador (E). F: Parafusos utilizados para fixação do vidro

Como a fotopolimerização ocorreu através do bastão de vidro com 13 mm de comprimento, foi utilizada uma ponta turbo para que a irradiância que atingisse o compósito fosse de aproximadamente 500 mW/cm². Foram confeccionados cinco corpos-de-prova em cada condição experimental. Para a dose de 48 J/cm², não foi possível obter espécimes devido às rupturas freqüentes da interface adesivo/vidro durante a execução do teste. Todos os testes foram realizados a 25°C (±1°C) e umidade relativa do ar de 50% (±10%). A força gerada pela contração de polimerização foi monitorada durante 10 minutos, registrada à velocidade de 1 leitura por segundo. Para calcular a tensão nominal máxima de cada corpo-de-prova (em MPa), a força máxima (em N) foi dividida pela área da secção transversal do bastão de vidro ($\pi R^2 = 19,625 \text{ mm}^2$).

4.5 Microinfiltração

Foram utilizados 120 incisivos bovinos (n=15) cuja superfície vestibular foi planificada sob refrigeração em lixas de carbetto de silício com granulação crescente (180, 400 e 600). Foram preparadas cavidades cilíndricas com margens em esmalte com 5 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (Fator C = 2,6) utilizando-se pontas impregnadas por diamante em alta rotação (ref. 2094 Vortex, São Paulo, Brasil) (Figura 4.6). A ponta diamantada foi substituída a cada 10 preparos. As dimensões de cada uma das cavidades foram aferidas com um paquímetro digital (Digimatic Caliper CD-6" OS, Mitutoyo Corp., Japão).



Figura 4.6 - Dente bovino apresentando preparo cavitário com margens em esmalte

As cavidades foram restauradas com dois sistemas adesivos, um sistema “frasco único” (*etch-and-rinse*), Adper Single Bond 2 (SB, 3M ESPE) e um adesivo auto-condicionante (*all-in-one*), Adper Prompt (PR, 3M ESPE). Estes materiais foram escolhidos por pertencerem ao mesmo fabricante e por apresentarem desempenhos diferentes em ensaios de resistência de união (PERDIGAO et al., 2005; YESILYURT; BULUCU, 2006). Para o SB, a cavidade foi condicionada com ácido fosfórico a 37% por 15 s. Após lavagem, o excesso de água foi removido, deixando a dentina levemente umedecida. Foram aplicadas duas camadas consecutivas do adesivo, de acordo com as recomendações do fabricante. Para o PR, duas camadas da mistura dos componentes A e B foram esfregadas sobre o substrato dentário por 15 s cada. O excesso de adesivo foi removido com o próprio pincel de aplicação seguido de leve jato de ar por 5 s. Os dois sistemas adesivos foram fotoativados por 10 s. Em ambos os casos, o compósito foi inserido na cavidade em incremento único, coberto com uma tira de matriz de poliéster e fotopolimerizado com a mesma irradiância e doses de 3, 6, 12 e 24 J/cm². O grupo referente à dose de 48 J/cm² não foi realizado, uma vez que não foi possível obter os dados correspondentes no teste de tensão de polimerização.

Imediatamente após a fotoativação, a superfície das restaurações foi polida em lixa de granulação 600 em uma máquina politriz (model DP, Struers, Ballerup,

Denmark). Os dentes receberam duas camadas de esmalte cosmético, exceto em uma área ao redor das margens da restauração com aproximadamente 1 mm de largura. Após 48 h de armazenamento em água destilada a 37°C, os espécimes foram imersos em solução aquosa de nitrato de prata 50% por 2 h em recipientes escuros e, em seguida, imersos em solução reveladora de radiografias (Kodak Brasileira Com. e Ind. Ltda., São José dos Campos, Brasil) por 6 horas sob luz fluorescente. Após este procedimento, as restaurações foram lavadas e seccionadas em dois planos perpendiculares entre si, utilizando um disco impregnado por diamantes (Extec Corp., Enfield, CT, USA) montado em uma máquina de corte Isomet 1000 Precision Saw (Buehler, Illinois, USA).

Em cada dente, estes cortes resultaram em oito faces para análise (Figura 4.7). A extensão da microinfiltração na interface adesiva foi medida sob aumento de 25x em um estereomicroscópio (SZ61, Olympus America Inc., PA, USA) com uma câmera digital acoplada (Q-Color 5, Olympus). O software analisador de imagens utilizado foi o Image J (National Institute of Health, Maryland, USA, <http://rsb.info.nih.gov/ij/>). Foram registrados: o número de faces apresentando penetração da solução traçadora, o maior valor encontrado dentre as oito faces (microinfiltração máxima, em mm) e a microinfiltração média de cada restauração. Imagens digitais foram utilizadas também para mensuração do diâmetro e profundidade da restauração, bem como da espessura da camada de esmalte e dentina remanescente.

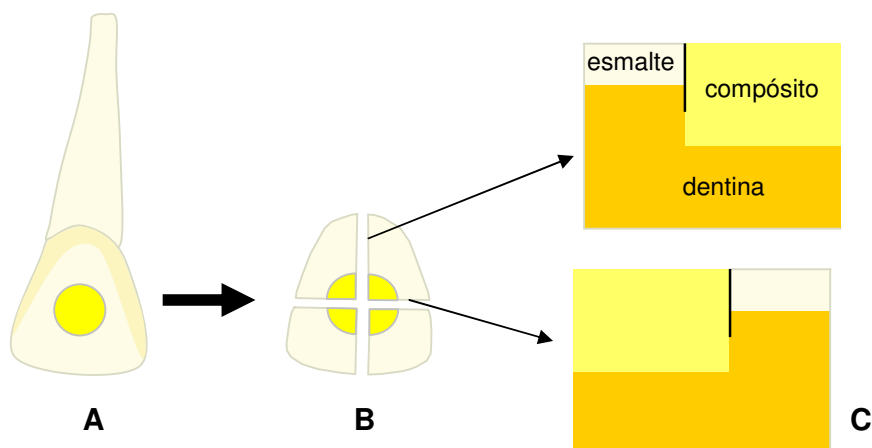


Figura 4.7 - Esquema ilustrativo da restauração (A), dos cortes perpendiculares entre si feitos no espécime (B) e de duas faces apresentando penetração de solução traçadora (C)

4.6 Resistência à flexão e módulo de elasticidade em flexão

Para a confecção dos corpos-de-prova utilizados na determinação da resistência à flexão e módulo de elasticidade em flexão, foi utilizada uma matriz de aço inoxidável bi-partida (Figura 4.8) com as seguintes dimensões internas: 10 mm de comprimento, 2 mm de largura e 2 mm de altura.

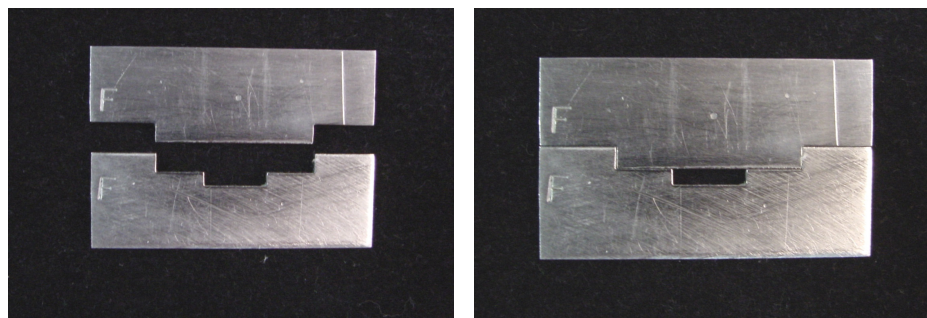


Figura 4.8 – Matriz de aço bipartida utilizada para confecção dos espécimes de resistência à flexão

Durante a confecção dos corpos-de-prova, a matriz foi apoiada sobre uma lâmina de vidro com 1 mm de espessura e, em seguida, a cavidade foi preenchida com o compósito em incremento único. Uma tira de poliéster foi colocada com suave pressão sobre a matriz para a fotoativação do espécime (n=10). Em seguida, os corpos-de-prova foram armazenados a seco, em recipientes hermeticamente fechados (sem passagem da luz) durante 48 h, em temperatura ambiente.

O teste de dobramento em três pontos (Figura 4.9) foi realizado em uma máquina de ensaios universal (Instron, modelo 5565, Canton, MA, EUA). A distância entre os apoios foi de 6 mm e a velocidade de avanço da cabeça de 0,5 mm/min.

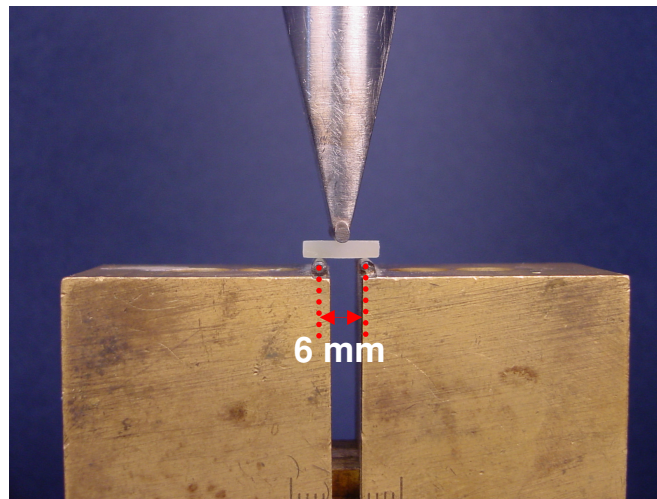


Figura 4.9 – Posicionamento do espécime para teste de dobramento em três pontos

Com o valor de carga de ruptura obtido, foi calculada a resistência à flexão através da fórmula abaixo:

$$R = \frac{3 \times L \times C}{2 \times B \times H^2}$$

Onde:

R = valor em MPa da resistência a flexão;

C = valor da carga máxima (N);

L = distância entre os apoios (mm);

B = largura do corpo-de-prova (mm);

H = altura do corpo-de-prova (mm).

Os valores de B e H foram aferidos antes do teste com o auxílio de um paquímetro digital (Digimatic Caliper CD-6" OS, Mitutoyo Corp., Japão).

O módulo de elasticidade em flexão foi calculado através de dados obtidos na porção linear inicial da curva carga x deslocamento de cada espécime. Foi aplicada a seguinte fórmula:

$$E = \frac{L_1 \times D^3}{4 \times B \times H^3 \times d} \times 10^{-3}$$

Onde:

E = módulo de elasticidade em flexão (GPa);

L_1 = valor da carga (N);

D = distância entre os apoios (mm);

B = largura do corpo-de-prova (mm);

H = altura do corpo-de-prova (mm);

d = deslocamento da célula de carga correspondente a L_1 (mm)

4.7 Dureza Knoop

4.7.1 Dureza Knoop aos 10 minutos

Os espécimes para o ensaio de dureza foram confeccionados em uma matriz de poliacetato com 1 ou 2 mm de altura e 5 mm de diâmetro. Para simular as mesmas condições do teste de tensão de polimerização, o compósito foi fotoativado através do bastão de vidro de 13 mm (Figura 4.10). KHN foi avaliada na superfície irradiada e não-irradiada dos espécimes. Com a utilização de um microdurômetro (Figura 4.11, HMV-2T, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan), após 10 min do início da fotoativação, cada espécime recebeu cinco endentações sob carga de 25 g durante 10 s (Figura 4.12). Foram confeccionados três espécimes para cada condição experimental. O grupo de 48 J/cm^2 não foi realizado uma vez que os dados de dureza aos 10 min seriam correlacionados com dados de microinfiltração e tensão de polimerização.

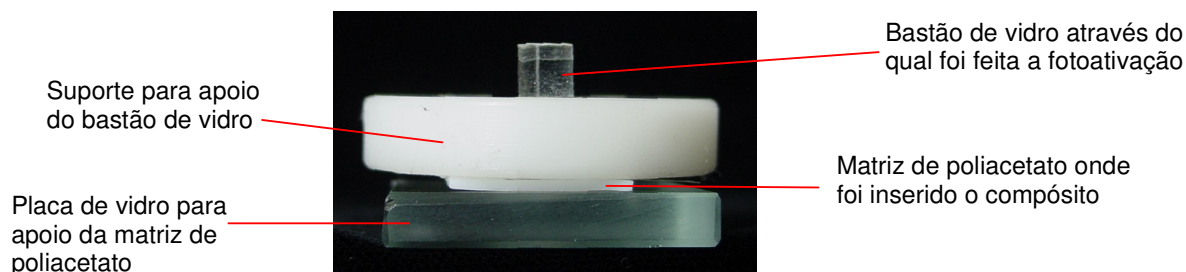


Figura 4.10 – Montagem para a confecção dos espécimes de dureza 10 min

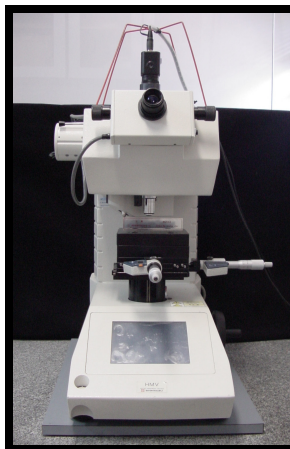


Figura 4.11 - Microdurômetro HMV-2T utilizado para análise da dureza Knoop

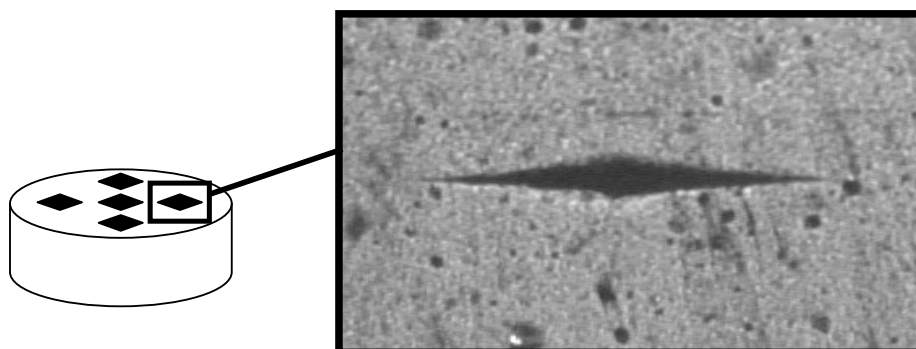


Figura 4.12 - Esquema demonstrativo do corpo-de-prova para análise da dureza Knoop 10 min com as cinco edentações. No detalhe, uma edentação feita com penetrador Knoop

4.7.2 Dureza Knoop após 48 horas

A determinação da dureza Knoop após 48 h utilizou fragmentos de corpos-de-prova utilizados no teste de flexão em três pontos. Três fragmentos provenientes de cada grupo experimental foram escolhidos aleatoriamente. KHN foi avaliada na

superfície irradiada e não-irradiada dos fragmentos sob as mesmas condições descritas para a dureza Knoop determinada aos 10 minutos.

4.8 Análise estatística

Medidas de grau de conversão obtidas aos 10 min e após 48 h foram analisadas separadamente através da análise de variância de fator único e teste de Tukey para contraste das médias ($\alpha = 0,05$). Valores obtidos no topo e na base em cada um dos níveis de dose de energia foram comparados através do teste 't' de Student para dados não-pareados ($\alpha = 0,05$), uma vez que as medidas foram obtidas em espécimes diferentes (conforme descrito no item 4.3). Os mesmos testes estatísticos foram aplicados aos dados de velocidade máxima da reação.

Os valores obtidos no teste de tensão de polimerização foram submetidos à análise de variância de fator único e teste de Tukey para contraste de médias, com nível global de significância de 5%. Dados provenientes de corpos-de-prova com 1 mm e 2 mm foram analisados separadamente.

Os dados obtidos na análise da microinfiltração foram submetidos à análise de variância de dois fatores e teste de Tukey para contraste das médias ($\alpha = 0,05$).

Os resultados de resistência à flexão e módulo de elasticidade foram submetidos à análise de variância de fator único e teste de Tukey para contraste de médias, com nível global de significância de 5%.

Dados de dureza Knoop aos 10 min e após 48 h foram analisados, separadamente, através da análise de variância de fator único e teste de Tukey para contraste das médias ($\alpha = 0,05$). Foi feita ainda a comparação entre topo e base em

cada um dos níveis de dose de energia estudados através do teste 't' de Student para dados pareados ($\alpha = 0,05$).

5 RESULTADOS

Para a análise dos resultados todos os conjuntos de dados foram previamente avaliados com relação à homocedasticidade e normalidade (Anexo). Mesmo para os conjuntos de dados que não apresentaram distribuição normal, manteve-se a opção de realizar a análise de variância uma vez que o requisito de homocedasticidade foi preenchido (ZAR, 1999).

5.1 Tensão de polimerização, grau de conversão (10min) e velocidade máxima de reação (R_p^{max}) em espécimes com 2 mm de altura

Os resultados obtidos podem ser observados na Tabela 5.1. Para o grau de conversão (GC), a análise de variância revelou haver diferença estatisticamente significativa entre os grupos, tanto para as medidas feitas no topo quanto na base dos espécimes ($p < 0,001$ para ambos). GC/topo aumentou significativamente entre todos os níveis, exceto entre 24 e 48 J/cm². Na superfície oposta, foram verificados aumentos significantes entre todos os níveis de energia. Testes 't' realizados entre topo e base para cada nível de energia revelaram existir diferenças significantes entre as superfícies em todos os níveis estudados ($p < 0,05$). A tensão de polimerização (TP) aumentou significativamente entre cada nível de energia estudado ($p < 0,001$).

A taxa máxima de reação não apresentou diferença estatisticamente significativa entre as doses, tanto para as medidas correspondentes à superfície irradiada ($p=0,961$) quanto para as medidas correspondentes à base dos espécimes ($p=0,233$). Testes 't' realizados entre topo e base para cada nível de energia não revelaram diferença entre as superfícies ($p<0,05$).

O Gráfico 5.1 mostra as análises de regressão entre GC (topo e base) e TP. Pode-se observar que na base, TP e GC apresentaram uma forte correlação linear positiva ($R^2=0,981$), enquanto TP e GC na superfície irradiada mostraram um excelente ajuste com a função exponencial ($R^2=0,998$).

Tabela 5.1 - Médias e desvios-padrão de grau de conversão determinados no topo e na base dos corpos-de-prova 10 minutos após o início da fotoativação (%), tensão de polimerização (MPa) e velocidade máxima de reação (%/s) nas diferentes doses (em J/cm^2). Todos os valores se referem à espécimes com 2 mm de altura. Na mesma coluna, letras iguais indicam ausência de diferença estatística ($p>0,05$). ' * ' indica diferença estatística entre topo e base no teste 't' de Student ($p<0,05$). Não foi possível obter valores de tensão de polimerização com dose de $48 J/cm^2$

Dose (J/cm^2)	Grau de conversão 10 min (%)		Tensão de polimerização (MPa)	Velocidade máxima de reação R_p^{max} (%/s)	
	Topo	Base		Topo	Base
3	35,0 (1,5) d*	28,9 (1,2) e	0,5 (0,06) D	3,9 (0,8) a	2,2 (0,2) A
6	45,4 (0,7) c*	35,9 (0,4) d	2,0 (0,4) C	3,7 (0,6) a	2,5 (0,2) A
12	53,2 (0,7) b*	47,2 (0,3) c	5,7 (0,8) B	3,6 (0,7) a	2,7 (0,3) A
24	57,9 (0,2) a*	54,4 (0,2) b	9,1 (0,9) A	4,0 (1,1) a	2,4 (0,1) A
48	60,0 (0,3) a*	59,1 (0,2) a	-	4,0 (0,9) a	2,6 (0,4) A

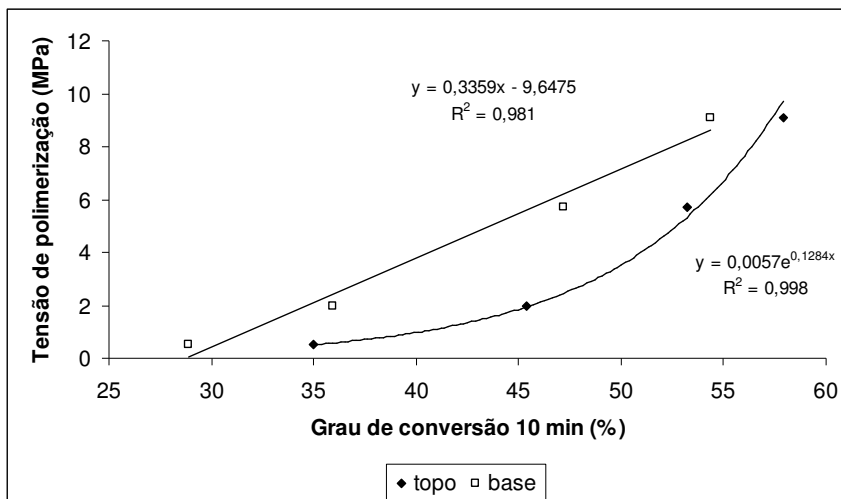


Gráfico 5.1 - Curva de regressão entre TP e GC (10 min) para o topo e a base de corpos-de-prova com 2 mm de altura

5.2 Microinfiltração, tensão de polimerização em corpos-de-prova com 1 mm de altura e dureza Knoop aos 10 min em corpos-de-prova com 1 mm e 2 mm de altura

Tabela 5.2 mostra as características do preparo cavitário das restaurações utilizadas no teste de microinfiltração. Pode-se observar uma baixa variabilidade nas medidas de diâmetro e profundidade das cavidades, resultando em uma boa padronização do fator-C e do volume das restaurações. De modo geral, a espessura de esmalte correspondeu à metade da profundidade das cavidades.

Tabela 5.2 – Características das cavidades usadas na análise da microinfiltração com média, desvio-padrão (DP) e coeficiente de variação (CV)

	Diâmetro (mm)	Profundidade (mm)	Espessura de esmalte (mm)	Espessura de dentina (mm)	Volume (mm³)	factor-C
média	4,93	1,89	0,67	0,77	36,09	2,53
DP	0,12	0,17	0,19	0,23	4,35	0,12
CV	2,5%	8,8%	28,8%	29,8%	12,1%	4,8%

O número de faces impregnadas pela solução traçadora, a média da infiltração máxima das restaurações, e média da infiltração média das restaurações com respectivos desvios-padrão para cada sistema adesivo podem ser vistos na Tabela 5.3. Para a microinfiltração média, tanto a dose de energia como o sistema adesivo foram significantes ($3 \text{ J/cm}^2 < 6 \text{ J/cm}^2 = 12 \text{ J/cm}^2 = 24 \text{ J/cm}^2$, $p < 0,001$; SB < PR, $p < 0,001$). A interação dos fatores não foi significativa ($p = 0,057$). Para a microinfiltração máxima, apenas a dose foi significativa ($3 \text{ J/cm}^2 < 6 \text{ J/cm}^2 = 12 \text{ J/cm}^2 = 24 \text{ J/cm}^2$, $p < 0,001$). O sistema adesivo ($p = 0,071$) e a interação ($p = 0,179$) não foram significantes. Pode-se notar que 59 das 60 restaurações utilizando PR mostraram microinfiltração nas oito faces avaliadas. Para SB, houve uma distribuição maior no número de faces infiltradas. Cabe ressaltar que nenhum dos sistemas adesivos foi capaz de evitar completamente a ocorrência de microinfiltração. A Figura 5.1 mostra dois exemplos de faces de restaurações analisadas.

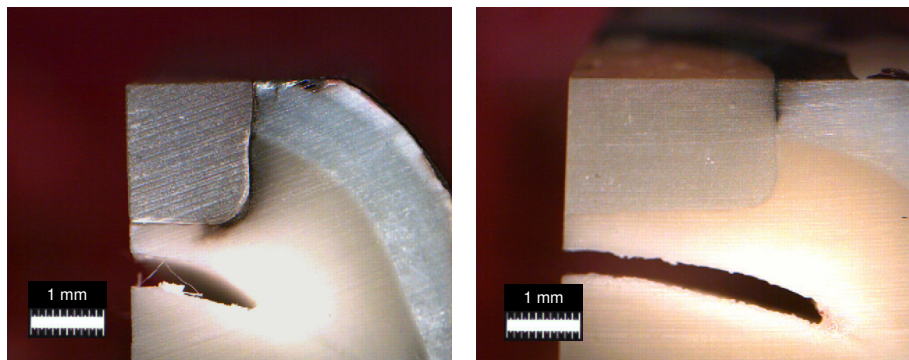


Figura 5.1 – Fotos de duas faces utilizadas para a mensuração da microinfiltração. À esquerda um corte do grupo PR 12 J/cm² e à direita do SB 3 J/cm²

Para os valores de TP determinados em corpos-de-prova com 1 mm de altura, a análise de variância revelou diferença estatisticamente significativa entre os grupos ($p < 0,01$). A tensão de polimerização aumentou de forma significativa com o aumento da dose de energia, exceto entre 12 e 24 J/cm² (3 J/cm²: $1,4 \pm 0,3^c$; 6 J/cm²: $4,3 \pm 0,5^b$; 12 J/cm²: $9,3 \pm 0,6^a$; 24 J/cm²: $9,9 \pm 0,7^a$). As curvas de regressão entre TP e microinfiltração podem ser observadas no Gráfico 5.2. Tanto para a microinfiltração média como para a microinfiltração máxima, uma forte correlação positiva foi observada para SB, o mesmo não sendo observado para o sistema PR.

Valores de dureza em espécimes com 1 mm e 2 mm de altura foram determinados com o objetivo de verificar a ocorrência de um gradiente de conversão nos corpos-de-prova utilizados nos testes de tensão de polimerização e microinfiltração, respectivamente. KHN em espécimes de 1 mm de espessura mostrou diferenças significantes entre as doses, tanto na superfície irradiada quanto na superfície não-irradiada ($p < 0,01$, Tabela 5.4). Para uma mesma dose de energia, não foram observadas diferenças significantes entre topo e base ($p > 0,05$). Para a superfície irradiada dos espécimes de 2 mm de espessura foi detectada diferença significativa nos valores de dureza entre todos os níveis de energia. Para a superfície não-irradiada foi encontrada semelhança estatística apenas entre 3 e 6 J/cm²

($p < 0,01$). Testes 't' de Student realizados entre topo e base para cada nível de energia mostrou diferença significativa para os grupos de 3 e 6 J/cm² ($p < 0,05$).

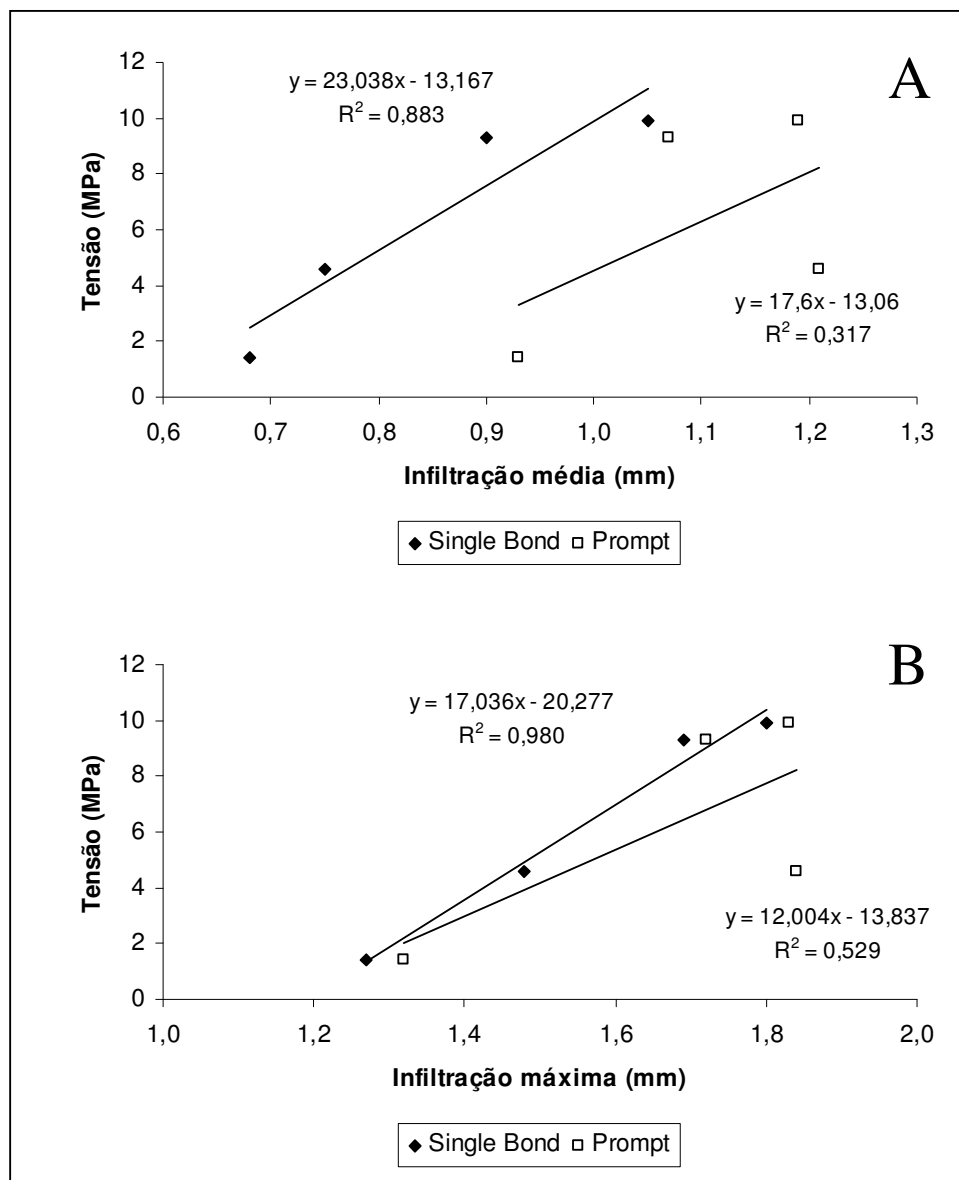


Gráfico 5.2 – Curva de regressão entre tensão de polimerização e microinfiltração (A: infiltração média e B: infiltração máxima) para os sistemas SB e PR

Tabela 5.4 – Médias e desvios-padrão da dureza Knoop aos 10 min para espécimes com 1 e 2 mm de espessura. Para cada coluna, mesma letra indica semelhança estatística ($p>0,05$). ‘*’ indica diferença estatística entre topo e base no teste ‘t’ de Student ($p<0,05$)

Dose (J/cm ²)	1 mm		2 mm	
	topo	base	topo	base
3	2,3 (0,5) ^D	2,6 (0,5) ^d	2,7 (0,4) ^{D*}	1,7 (0,6) ^C
6	6,3 (1,1) ^C	8,7 (0,5) ^c	6,9 (0,2) ^{C*}	4,0 (0,7) ^C
12	14,8 (0,4) ^B	15,9 (1,7) ^b	15,5 (0,8) ^B	13,8 (1,2) ^B
24	19,8 (0,5) ^A	23,6 (2,6) ^a	20,1 (2,2) ^A	22,7 (2,2) ^A

5.3 GC e propriedades mecânicas determinados após 48 h em espécimes com 1 mm de altura

Os resultados obtidos para GC, resistência à flexão, módulo de elasticidade em flexão e dureza Knoop após 48 h podem ser observados na Tabela 5.5. Para GC, a análise de variância revelou diferenças significantes entre os grupos, tanto para as medidas feitas no topo quanto na base dos espécimes ($p<0,001$ para ambos). GC/topo aumentou significativamente entre 3 e 6 J/cm² e entre 12 e 24 J/cm². Na superfície oposta, foram verificados aumentos significantes entre todos os níveis de energia. Testes ‘t’ de Student realizados entre topo e base para cada nível de dose de energia (H) não revelaram existir diferenças significantes entre as duas superfícies ($p>0,05$).

Tabela 5.5 - Médias e desvios-padrão de grau de conversão (%), resistência à flexão (MPa), módulo de elasticidade (GPa) e dureza Knoop nas diferentes doses (em J/cm²) determinados após 48 h em espécimes com 1 mm de altura. Na mesma coluna, letras iguais indicam semelhança estatística (p>0,05). ‘ * ’ indica diferença estatística entre topo e base no teste ‘t’ de Student (p>0,05)

Dose (J/cm ²)	Grau de conversão		Resistência à flexão	Módulo de elasticidade	KHN	
	Topo	Base			Topo	Base
3	33,1 (3,7) C	31,3 (2,2) E	31,2 (5,9) D	0,2 (0,04) E	2,9 (0,1) E*	1,0 (0,0) D
6	43,5 (2,5) B	37,8 (2,1) D	65,8 (14,9) C	0,8 (0,08) D	6,4 (1,1) D*	2,0 (0,4) D
12	48,2 (3,0) B	44,7 (1,9) C	116,6 (15,8) B	2,2 (0,09) C	14,5 (0,6) C*	9,1 (0,9) C
24	57,0 (0,7) A	55,5 (0,8) B	132,3 (20,8) A,B	2,9 (0,16) B	23,2 (0,9) B	19,9 (2,3) B
48	58,0 (1,5) A	61,3 (2,5) A	142,9 (15,8) A	3,1 (0,12) A	26,1 (0,3) A	25,5 (1,5) A

FS aumentou significativamente entre níveis de H até 12 J/cm² (p<0,001). A aplicação de 24 J/cm² resultou em resistência estatisticamente semelhante à obtida com 12 J/cm² e com 48 J/cm², que foram diferentes entre si. Para os valores de FM e KHN/topo, a comparação entre as médias revelou haver diferenças estatisticamente significantes entre todos os grupos estudados (p<0,001). Para KHN/base, houve semelhança entre 3 e 6 J/cm² e diferença estatística entre todos os outros níveis de H (p<0,001). Testes ‘t’ de Student realizados entre topo e base para cada dose revelaram existir diferenças significantes entre as duas superfícies nos espécimes irradiados com 3 J/cm² (p<0,001), 6 J/cm² (p<0,05) e 12 J/cm² (p<0,001).

A Figura 5.2 mostra as análises de regressão entre GC, FS, FM ou KHN com a dose de energia. Pode-se observar que em todos os casos houve uma forte correlação logarítmica entre as variáveis. A Figura 5.3 mostra as análises de regressão entre as propriedades mecânicas testadas e GC. Pode-se observar que na superfície irradiada, KHN apresentou correlação exponencial com GC, enquanto

que a 2 mm de profundidade a relação entre essas duas variáveis foi linear. FS e FM apresentaram melhores ajustes com GC/base através de funções logarítmicas.

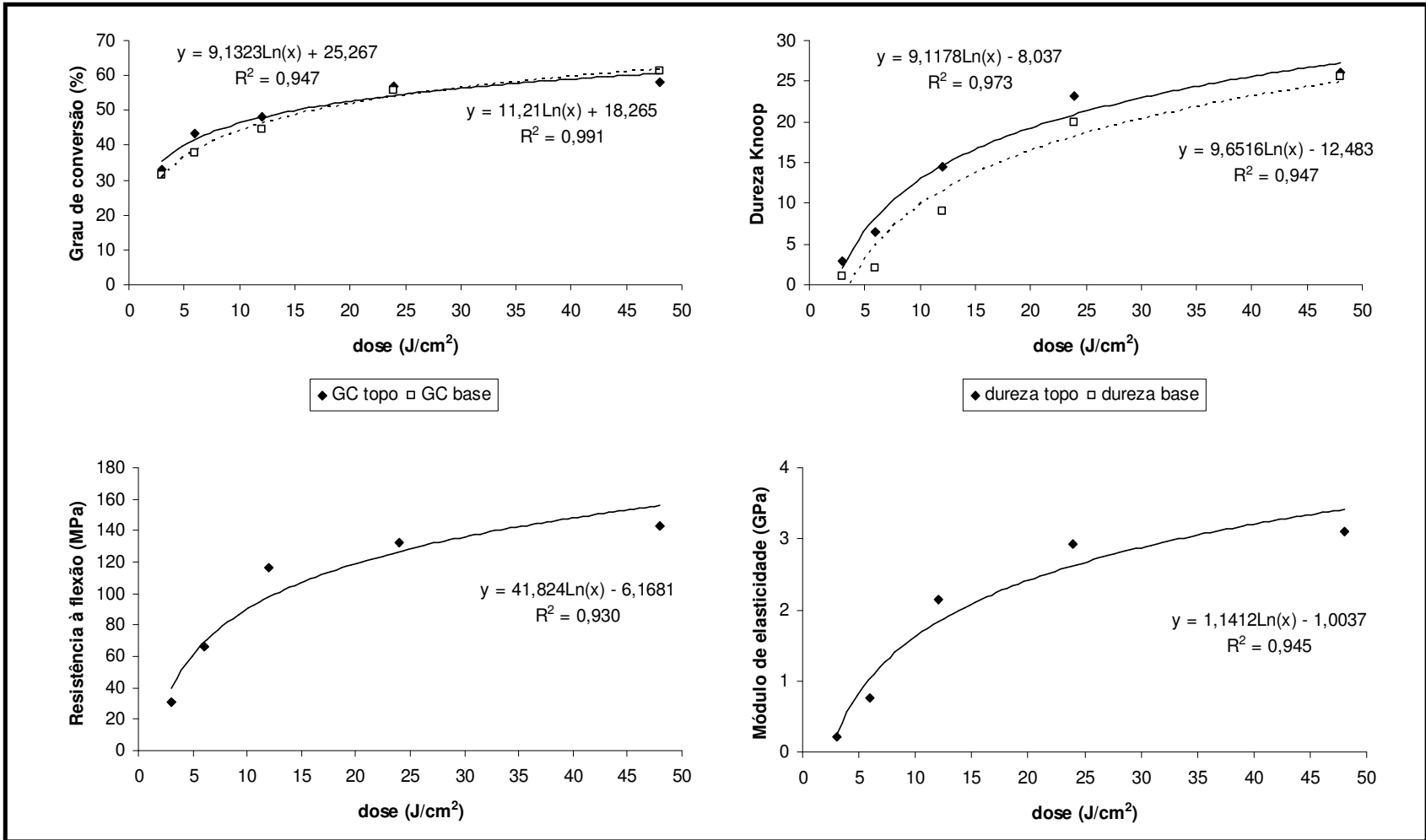


Figura 5.2 – Análises de regressão entre grau de conversão e propriedades mecânicas após 48 h com relação à dose de energia aplicada

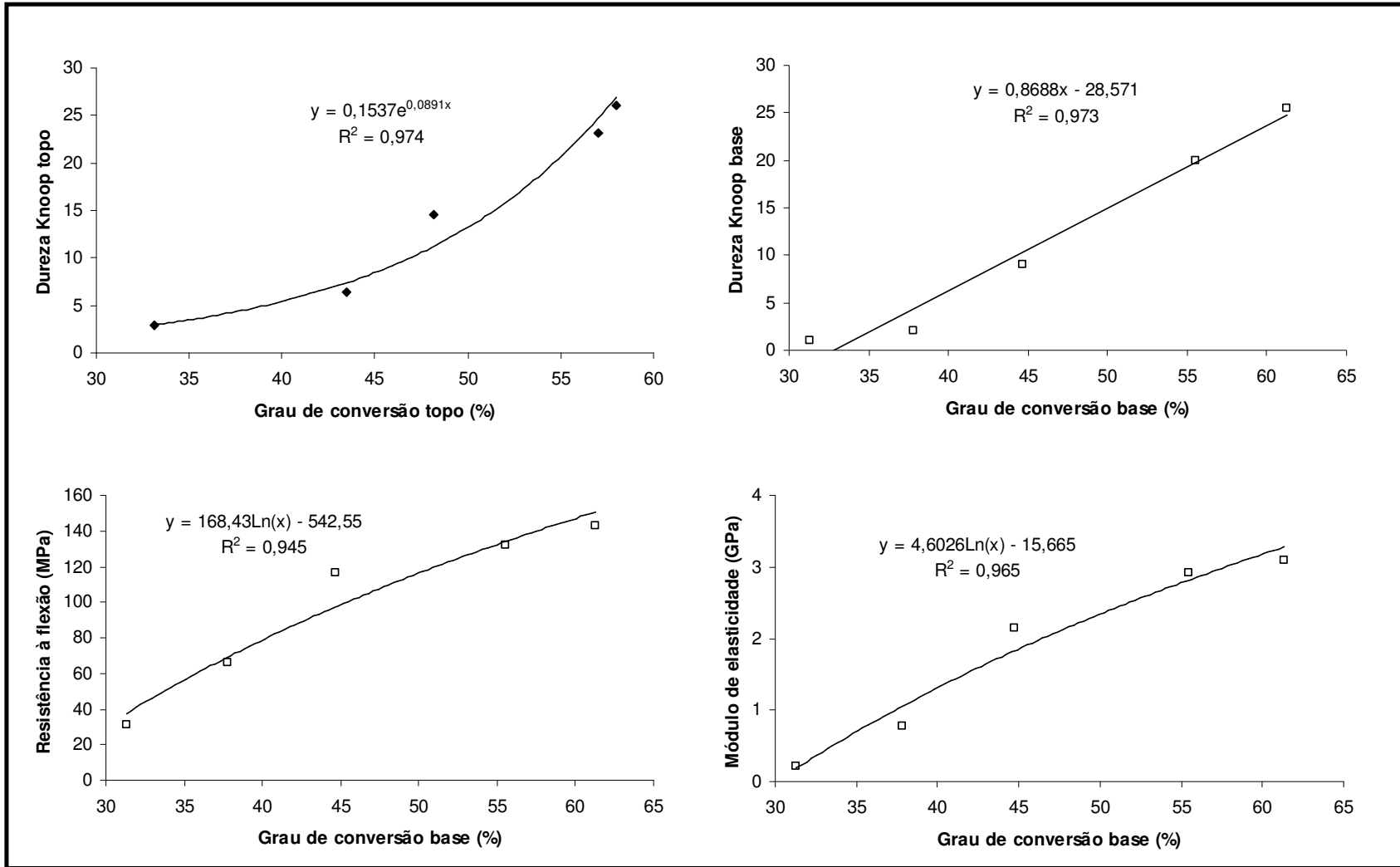


Figura 5.3 - Análises de regressão entre as propriedades mecânicas e o grau de conversão (topo e base) do compósito

6 DISCUSSÃO

6.1 Influência da dose de energia sobre a tensão de polimerização, grau de conversão (10min) e velocidade máxima de reação (R_p^{max})

Para melhor compreensão dos efeitos da dose de energia sobre o grau de conversão e a tensão de polimerização, torna-se necessária a discussão de alguns aspectos relacionados com a cinética da reação de polimerização. A produção de radicais livres é diretamente proporcional à irradiância absorvida pelo compósito. Por outro lado, a velocidade da reação de polimerização é proporcional à raiz quadrada da irradiância (ODIAN, 1991; WATTS, 2005). Além disso, é relatado na literatura que para uma mesma irradiância, o número de radicais livres aumenta de forma logarítmica com o tempo de irradiação (BURTSCHER, 1993). No presente estudo foi utilizada uma irradiância constante de aproximadamente 500 mW/cm². Portanto, era esperado que a velocidade de reação fosse semelhante para todos os grupos experimentais. No entanto, é sabido que a radiação proveniente do fotopolimerizador promove o aquecimento do material resinoso e do substrato dentário (GOODIS et al., 1989; LONEY; PRICE, 2001; NOMOTO; MCCABE; HIRANO, 2004; VANDEWALLE et al., 2005). Recentemente, foi verificado que, o aquecimento prévio do compósito promove aumento do seu grau de conversão (DARONCH et al., 2006). Portanto, no presente estudo foi levantada a hipótese de que doses de energia elevadas conseguidas através de tempos de exposição prolongados poderiam promover um maior aquecimento do compósito e, conseqüentemente, aumentar a

velocidade da reação e o grau de conversão por aumentar a mobilidade das espécies reativas. Através dos resultados obtidos neste estudo, parte desta hipótese foi descartada, uma vez que não houve diferença significativa entre a velocidade máxima de reação nos diferentes níveis de H. Avaliando o tempo de ocorrência da R_p^{\max} em todos os grupos foi possível observar que esta ocorreu, de forma geral, antes de 7 segundos de reação para o topo do espécime e antes de 15 segundos para a base do mesmo. Isto pode ser um indicativo de que após este período qualquer aquecimento provocado por tempos de exposição mais longos não teria influência no aumento da velocidade da reação. Na verdade, é possível supor que o aquecimento possa ter um efeito benéfico, contribuindo para a relaxação das tensões. Recentemente, foi demonstrado que um compósito polimerizado a 60°C com a utilização do tempo de exposição de 5 s apresentou um aumento de 20,5% no grau de conversão e uma redução de 38,5% na tensão de polimerização quando comparado ao grupo controle (20 s e 22°C) (DARONCH et al., 2006). Desta forma, é possível assumir que o aumento da tensão observado em doses de energia mais elevadas é consequência do aumento do grau de conversão do compósito.

A forte correlação entre tensão de polimerização e grau de conversão confirma achados anteriores (BRAGA; FERRACANE, 2002; LU et al., 2004). A tendência de aumento exponencial da tensão de polimerização em altos níveis de grau de conversão já foi descrita na literatura como resultado da incapacidade de relaxação das cadeias poliméricas devido ao alto módulo de elasticidade atingido nas fases finais da reação (pós-vitrificação) (BRAGA; FERRACANE, 2002). No presente estudo, a curva exponencial entre tensão e grau de conversão foi observada apenas para a superfície irradiada do compósito, enquanto para a base foi observada uma relação linear positiva entre essas variáveis. Estes

comportamentos diferentes podem ser explicados pelo menor grau de conversão atingido na superfície não-irradiada, conforme mostrado na Tabela 5.1.

6.2 Influência da dose de energia sobre a microinfiltração *in vitro*, tensão de polimerização e dureza Knoop (10 min)

A segunda hipótese do estudo foi confirmada, uma vez que a utilização de doses de energia mais elevadas promoveram aumento da microinfiltração de restaurações *in vitro*, aumento este relacionado a um maior desenvolvimento de tensões de polimerização. Os resultados do presente estudo estão de acordo com trabalhos prévios no que se refere ao aumento logarítmico da tensão com a dose de energia ($y = 4,3281\ln(x) - 2,9549$; $R^2=0,933$) (BRAGA; FERRACANE, 2002; CALHEIROS et al., 2004). Como já citado anteriormente, o maior desenvolvimento de tensões observados em altas doses de energia é uma consequência direta do aumento do grau de conversão do compósito, que por sua vez promove maior contração volumétrica e módulo de elasticidade (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2005; BRAGA; FERRACANE, 2002; DEWAELE et al., 2006; PARK; FERRACANE, 2005). Os valores de KHN para os espécimes de 1 mm confirmam esta hipótese, tanto por ter aumentado significativamente com a dose de energia aplicada como por não terem mostrado diferença significativa entre topo e base para uma determinada dose. A homogeneidade de polimerização sugere que as tensões desenvolvidas nos diferentes níveis de H não foram influenciadas por um possível gradiente de

conversão no compósito que permitiria um maior escoamento viscoso, por exemplo, nos corpos-de-prova que receberam doses mais baixas.

Estudos *in vitro* têm demonstrado que diferenças encontradas no teste de tensão de polimerização entre diferentes compósitos se refletem na severidade da microinfiltração na interface dente/restauração (BRAGA; FERRACANE; CONDON, 2002; CALHEIROS et al., 2004; FERRACANE; MITCHEM, 2003). Testes preliminares revelaram uma melhor correlação entre valores de tensão de polimerização e microinfiltração quando comparados sob o mesmo fator-C do que sob o mesmo volume. Desta forma, foram duas as razões pelas quais se utilizaram espécimes de 1 mm de altura no teste de tensão de polimerização nesta fase do estudo: para garantir a polimerização uniforme do compósito e para permitir uma melhor correlação entre dados provenientes dos ensaios de tensão de polimerização e microinfiltração. De fato, o presente estudo mostrou que variações da tensão provenientes de diferentes doses estão relacionadas com a infiltração média e máxima encontradas nas restaurações *in vitro*. No entanto, esta relação foi dependente do sistema adesivo utilizado.

A maioria dos estudos avaliam a microinfiltração utilizando métodos semi-quantitativos (*scores*) ou limitam suas avaliações à infiltração máxima presente em cada espécime (ARIAS; CAMPOS; PIMENTA, 2004; ATEYAH; ELHEJAZI, 2004; BRAGA et al., 2006; CALHEIROS et al., 2004). A idéia de que a infiltração máxima é um parâmetro clinicamente relevante pode não ser de toda verdadeira, uma vez que não existem evidências clínicas mostrando correlação entre microinfiltração *in vitro* e cáries secundárias (KELLY, 2006). Portanto, no presente estudo, existiu a preocupação de se avaliar outros parâmetros (microinfiltração média de cada espécime e número de faces mostrando microinfiltração) como tentativa de obter

uma análise mais abrangente e assim tentar representar melhor o ocorrido em cada grupo experimental.

De modo geral, a menor microinfiltração observada em restaurações polimerizadas com uma menor H pode ser explicada pelo menor desenvolvimento de tensões de polimerização nesses grupos. Adicionalmente, os valores de KHN determinado em espécimes de 2 mm de altura sugerem que a conversão do compósito em restaurações polimerizadas com 3 e 6 J/cm² não foi homogênea em sua profundidade. O menor grau de conversão atingido pelo compósito na base da restauração resulta em um material relativamente menos rígido, o que permitiria a relaxação parcial das tensões. Portanto, em espécimes polimerizados com doses baixas, a redução da microinfiltração pode ser consequência do menor desenvolvimento de tensões resultantes da menor conversão conjuntamente com a ocorrência do escoamento do compósito nas regiões mais profundas da restauração.

A comparação entre os dois sistemas adesivos revelou que SB apresentou melhor desempenho quando comparado a PR. Essas diferenças foram mais evidentes para a microinfiltração média do que para a microinfiltração máxima, como pode ser visto através da distância entre as curvas de regressão mostradas no (Gráfico 5.2). De modo geral, PR permitiu valores de microinfiltração média 20% maiores quando comparado ao SB em uma determinada dose. Quando a microinfiltração máxima foi comparada, os valores de PR foram apenas 4% maiores que obtidos com SB. PR mostrou semelhança estatística entre os valores de microinfiltração média para todas as doses de energia utilizadas. Quanto à microinfiltração máxima, apenas a utilização de 3 J/cm² mostrou menor infiltração que as outras doses. Por outro lado, SB mostrou microinfiltração média

estatisticamente menor para 3 e 6 J/cm² comparados com 24 J/cm². Em termos de microinfiltração máxima, 3 J/cm² obteve valor estatisticamente inferior quando comparado a 12 J/cm².

Adesivos auto-condicionantes foram desenvolvidos para simplificar o procedimento clínico restaurador. Entretanto, muitos autores têm observado, tanto *in vitro* como *in vivo*, que esses sistemas simplificados não demonstram bom desempenho quando comparados a sistemas multi-frascos (ARIAS; CAMPOS; PIMENTA, 2004; KALLENOS; AL-BADAWI; WHITE, 2005; KOLINIOTOU-KOUMPIA; DIONYSOPOULOS; KOUMPIA, 2004). Uma possível explicação para estes achados é a menor resistência de união à dentina e ao esmalte dos sistemas auto-condicionantes de frasco único quando comparados aos sistemas auto-condicionantes de dois frascos e sistemas que utilizam o condicionamento com ácido fosfórico (BRACKETT et al., 2006; MAURIN et al., 2006; PERDIGAO et al., 2005; SADEK et al., 2005; YESILYURT; BULUCU, 2006). Pesquisadores acreditam que o pior desempenho dos sistemas auto-condicionantes de frasco único seja proveniente do pH mais elevado dos monômeros ácidos utilizados nestes sistemas, que não teriam a mesma eficácia na remoção da camada de esfregaço (*smear layer*) e na profundidade de desmineralização quando comparados ao ácido fosfórico (OGATA et al., 2002; OKUDA et al., 2002; PERDIGAO et al., 1996). Estudos recentes avaliando imagens de microscopia eletrônica de varredura demonstraram que a utilização de adesivos auto-condicionantes resulta em defeitos na impregnação dos monômeros e promove penetração insuficiente destes dentro dos túbulos dentinários, prejudicando a formação da camada híbrida e dos prolongamentos intratubulares (*tags*) (OKUDA et al., 2002; YESILYURT; BULUCU, 2006). Finalmente, especificamente no caso do sistema PR, a alta quantidade de

água em sua composição (80%) e o baixo grau de conversão atingido pelo material podem ser fatores que contribuem para a baixa resistência de união e aumento da microinfiltração (KOLINIOTOU-KOUMPIA; DIONYSOPOULOS; KOUMPIA, 2004; SADEK et al., 2006; YESILYURT; BULUCU, 2006). A espessura da camada adesiva também é considerada por alguns autores um fator que pode influenciar a microinfiltração (BRACKETT et al., 2005; ITO et al., 2005). Alguns aspectos relacionados com a espessura do adesivo como viscosidade, presença ou não de cargas inorgânicas e aplicação de camadas múltiplas são mencionados como fatores responsáveis pelo aumento na capacidade de deformação do sistema que permitiriam a relaxação das tensões, reduzindo o risco de descolamento na interface (ARIAS; CAMPOS; PIMENTA, 2004; HASHIMOTO et al., 2004).

No presente estudo, 12 J/cm^2 foi a dose de energia mínima necessária para garantir uma polimerização homogênea de espécimes com 2 mm de espessura. Um estudo recente utilizando doses entre 14 e 28 J/cm^2 mostrou resultados semelhantes para um compósito comercial (CORRER et al., 2005). Genericamente, um valor de dureza na base de um compósito com 2 mm de espessura equivalente a pelo menos 80-90% da dureza obtida na superfície irradiada é um resultado aceitável em termos de profundidade de polimerização (STANSBURY et al., 2005). Os valores descritos nesta investigação revelaram diferença significativa entre topo e base dos espécimes de 2 mm justamente nos grupos onde esta porcentagem não foi atingida (3 J/cm^2 : 63%; 6 J/cm^2 : 58%).

Na prática clínica, parece existir um consenso no que se refere à necessidade de se obter o máximo em termos de grau de conversão e propriedades mecânicas do compósito. Os resultados do presente estudo sugerem que altas doses de energia devem ser utilizadas com cautela pelo clínico quando se deseja minimizar os

efeitos da tensão de polimerização com intuito de preservar a integridade da interface. Além disso, o sistema adesivo foi outro fator que se mostrou de extrema importância para minimizar os efeitos da tensão de polimerização.

6.3 Influência da dose de energia sobre as propriedades mecânicas e GC

A terceira hipótese deste estudo foi apenas parcialmente confirmada, uma vez que aumentos significantes no GC/base, FM e KHN (topo e base) foram observados mesmo entre 24 e 48 J/cm². Estes resultados, entretanto, discordam de um estudo prévio avaliando dois compósitos comerciais, no qual não foram observados aumentos em GC e FM entre 6 e 36 J/cm², enquanto FS se manteve estável acima de 12 J/cm² (CALHEIROS et al., 2006). Uma possível explicação para esta divergência se refere às condições de armazenamento dos corpos-de-prova. Enquanto na presente investigação os espécimes foram armazenados por 48 h em temperatura ambiente (22 °C), no estudo anterior o armazenamento foi feito por 24 h a 37°C. Estudos anteriores verificaram que compósitos com graus de conversão inicialmente menores são mais favorecidos pelo armazenamento prolongado em temperaturas acima da ambiente. Desta forma, o compósito menos polimerizado apresenta maior polimerização “no escuro” (*dark cure*) podendo atingir valores de grau de conversão e propriedades mecânicas próximos àqueles obtidos por amostras que receberam doses maiores (LOVELL et al., 2003; LU; STANSBURY; BOWMAN, 2004; TARUMI et al., 1999). No presente estudo, optou-se pelo armazenamento em temperatura ambiente para que fosse verificada a extensão da

polimerização pós-irradiação sem a influência da temperatura. Com base em informações da literatura, no entanto, pode-se supor que em condições de temperatura bucal é possível que o efeito da dose de energia sobre GC e propriedades mecânicas dos compósitos seja menos evidente do que os aqui reportados.

A relação entre grau de conversão e H mostrou um bom ajuste com a função logarítmica, evidenciando a tendência de nivelamento da conversão em altas doses, comportamento este verificado em estudos anteriores (CALHEIROS et al., 2004; EMAMI; SODERHOLM, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002). Existem duas prováveis explicações para essa limitação da conversão em doses elevadas. Uma delas se refere à produção de radicais livres. Em um estudo analisando a geração de radicais livres através de um espectrômetro de ressonância do “spin” eletrônico (*electron spin resonance spectrometer*), verificou-se que sob irradiância constante, a concentração de radicais livres também apresenta um aumento logarítmico com o tempo de irradiação onde acima de um determinado valor-limite, o aumento no número de radicais livres se torna não-significante (BURTSCHER, 1993). Uma segunda hipótese, mais comumente citada na literatura, se refere à diminuição da mobilidade dos radicais livres durante a reticulação do polímero (BURTSCHER, 1993). Aparentemente, a polimerização rápida proporcionada pela maior concentração de radicais livres reduziria mais rapidamente a mobilidade no meio da reação, anulando a influência da elevada quantidade de radicais livres sobre o grau de conversão.

A influência da dose de energia sobre as propriedades mecânicas dos compósitos é controversa, pois depende de condições específicas de cada estudo (por exemplo, composição do material testado e condições de armazenamento) e do

teste mecânico utilizado. Assim, a comparação de resultados provenientes de diferentes publicações fica dificultada. Por exemplo, alguns autores relataram que o aumento da dose de energia entre 6 e 39 J/cm² promoveu melhora significativa da resistência à compressão, à flexão e dureza Knoop (LEE; GREENER, 1994; VANDEWALLE et al., 2004). Outros autores relatam não terem encontrado diferenças significantes para FS e FM entre doses de 6 e 36 J/cm² (CALHEIROS et al., 2006). No presente estudo, variações no comportamento do compósito em função do teste realizado também foram observadas, visto que diferenças entre grupos foram menos evidentes para FS em relação à FM e KHN. Estudos recentes observaram uma relação linear positiva entre dose de energia e resistência à fadiga, FS e FM de um compósito comercial (LOHBAUER et al., 2005; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005). No presente estudo, seguindo o comportamento apresentado pelo grau de conversão, as propriedades mecânicas aumentaram com H de acordo com funções logarítmicas.

Apesar de alguns autores não terem observado correlação entre grau de conversão e propriedades como resistência à tração diametral e microdureza (CHUNG; GREENER, 1990), outros trabalhos demonstraram que o aumento na conversão promoveu aumento da tenacidade à fratura, resistência ao desgaste, resistência à flexão, módulo de elasticidade e dureza Knoop (COOK; JOHANNSON, 1987; FERRACANE; CONDON, 1992). No presente estudo, a influência do grau de conversão sobre as propriedades mecânicas revelou diferenças interessantes. Com relação à microdureza, a correlação linear positiva encontrada entre GC/base e KHN/base já foi relatada em diversas publicações (BOUSCHLICHER; RUEGGEBERG; WILSON, 2004; FERRACANE, 1985). Porém, na superfície irradiada, observou-se um aumento exponencial do KHN com o grau de conversão.

Como não houve diferenças significantes na conversão entre topo e base, o aumento acentuado na KHN sugere diferenças na estrutura do polímero formado. Diferenças na densidade de ligações cruzadas podem ser resultantes da variação nas taxas de conversão em diferentes profundidades do material (LOVELL et al., 2001). Um estudo avaliando o efeito da espessura do compósito sobre a atenuação da luz emitida por diferentes unidades fotoativadoras observou que existe uma redução da irradiância da ordem de 70-74% por milímetro de profundidade do material (PRATI et al., 1999). Esta atenuação exponencial da irradiância na base da restauração é causada por fenômenos de reflexão, absorção e dispersão da luz na superfície e profundidade da camada de compósito (MCCABE; CARRICK, 1989; WATTS; CASH, 1994; YEARN, 1985). Portanto, é lícito supor que na base do corpo-de-prova o polímero seja mais linear devido à menor quantidade inicial de radicais livres que promovem uma reação de polimerização mais lenta, em comparação à superfície irradiada. Além disso, os tempos de exposição prolongados correspondentes às doses maiores podem ter promovido um maior aumento da temperatura da matriz polimérica no topo (LONEY; PRICE, 2001; NOMOTO; MCCABE; HIRANO, 2004; VANDEWALLE et al., 2005) potencializando a formação de ligações cruzadas pela maior mobilidade das espécies reativas (ASMUSSEN, 1984; ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2001; DOLEZ; MAREK; LOVE, 2001; TARUMI et al., 1999).

Propriedades mecânicas avaliadas através de ensaio de dobramento são influenciadas pelas propriedades do espécime na região onde o mesmo é submetido predominantemente a tensões de tração (ANUSAVICE, 1998). No presente estudo, durante a realização do teste de flexão em três pontos, tomou-se o cuidado de posicionar o corpo-de-prova de modo que a superfície não-irradiada fosse submetida

aos maiores esforços de tração. Portanto, nas regressões envolvendo FS e FM foi utilizada como variável independente valores de GC/base. As correlações logarítmicas encontradas concordam com a teoria de que após a formação da rede polimérica atingir um determinado limite, a resistência mecânica se torna menos dependente do grau de conversão (FERRACANE; GREENER, 1986).

Como observado neste estudo, a utilização de doses de energia mais elevadas promoveram melhor conversão e melhores propriedades mecânicas do compósito experimental avaliado. Porém, nas condições deste estudo e considerando apenas os resultados de GC/topo e FS, bem como a homogeneidade de polimerização (estimada pela comparação de valores de KHN entre topo e base) o uso clínico de doses maiores que 24 J/cm^2 não são justificáveis. Na verdade, alguns autores, avaliando diferentes tempos de tratamento térmico em um compósito comercial, observaram que graus de conversão muito elevados podem provocar uma tendência de diminuição de FS devido à maior friabilidade do polímero formado (LOZA-HERRERO et al., 1998). Outros autores, avaliando a influência da temperatura de armazenamento e do tipo e tamanho de carga sobre a tenacidade à fratura de compósitos experimentais, citam existir uma diminuição desta propriedade para os materiais com maior grau de conversão (FERRACANE; MARKER, 1992). Conforme os resultados aqui apresentados, altas doses de energia promovem maior desenvolvimento de tensões de polimerização e, conseqüentemente, podem comprometer a integridade da interface adesiva das restaurações (BRAGA; FERRACANE, 2002; CALHEIROS et al., 2004; CALHEIROS et al., 2006; FERRACANE; MITCHEM, 2003). Portanto, estudos clínicos são necessários para aferir o real benefício da utilização de altas doses de energia no desempenho de compósitos restauradores diretos.

7 CONCLUSÕES

- 7.1** O aumento da dose de energia promoveu aumento significativo da tensão de polimerização e do grau de conversão inicial do compósito experimental estudado. No entanto, não houve diferença na velocidade máxima de reação entre os diferentes níveis de dose de energia. Portanto, a primeira hipótese do estudo foi parcialmente confirmada;
- 7.2** A hipótese de que a severidade da microinfiltração em restaurações *in vitro* estaria diretamente relacionada à dose de energia empregada e ao sistema adesivo utilizado foi confirmada;
- 7.3** Algumas propriedades mecânicas avaliadas (módulo de elasticidade e dureza Knoop) e o grau de conversão na superfície não-irradiada do compósito apresentaram aumentos significantes entre 24 e 48 J/cm². Por outro lado, grau de conversão na superfície irradiada e a resistência à flexão não foram beneficiados com a utilização de uma dose maior do que 24 J/cm². Portanto, a terceira hipótese foi parcialmente confirmada.

Considerando-se as limitações deste trabalho, os resultados sugerem que a melhor solução de compromisso entre o máximo grau de conversão e propriedades mecânicas com menor ocorrência de microinfiltração e menor desenvolvimento de tensões de polimerização foi obtida com doses não superiores a 24 J/cm².

REFERÊNCIAS¹

Andrzejewska E. Photopolymerization kinetics of multifunctional monomers. *Prog Polym* 2001;26(1):605-65.

Anusavice KJ. *Materiais Dentários*. 10^a ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998.

Arias VG, Campos IT, Pimenta LA. Microleakage study of three adhesive systems. *Braz Dent J* 2004;15(3):194-8.

Asmussen E. Softening of BISGMA-based polymers by ethanol and by organic acids of plaque. *Scand J Dent Res* 1984;92(3):257-61.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci* 2001;109(4):282-5.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Polymerization contraction of resin composite vs. energy and power density of light-cure. *Eur J Oral Sci* 2005;113(5):417-21.

Ateyah NZ, Elhejazi AA. Shear bond strengths and microleakage of four types of dentin adhesive materials. *J Contemp Dent Pract* 2004;5(1):63-73.

Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM. Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions. *Oper Dent* 2004;29(6):698-704.

Brackett WW, Ito S, Tay FR, Haisch LD, Pashley DH. Microtensile dentin bond strength of self-etching resins: effect of a hydrophobic layer. *Oper Dent* 2005;30(6):733-8.

Brackett WW, Ito S, Nishitani Y, Haisch LD, Pashley DH. The microtensile bond strength of self-etching adhesives to ground enamel. *Oper Dent* 2006;31(3):332-7.

¹ De acordo com Estilo Vancouver. Abreviatura de periódicos segundo base de dados MEDLINE.

Braga RR, Ferracane JL. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. *J Dent Res* 2002;81(2):114-8.

Braga RR, Ferracane JL. Alternatives in polymerization contraction stress management. *Crit Rev Oral Biol Med* 2004;15(3):176-84.

Braga RR, Ferracane JL, Condon JR. Polymerization contraction stress in dual-cure cements and its effect on interfacial integrity of bonded inlays. *J Dent* 2002;30(7-8):333-40.

Braga RR, Boaro LC, Kuroe T, Azevedo CL, Singer JM. Influence of cavity dimensions and their derivatives (volume and 'C' factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. *Dent Mater* 2006;22(9):818-23.

Burtscher P. Stability of radicals in cured composite materials. *Dent Mater* 1993;9(4):218-21.

Calheiros FC, Braga RR, Kawano Y, Ballester RY. Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. *Dent Mater* 2004;20(10):939-46.

Calheiros FC, Sadek FT, Braga RR, Cardoso PE. Polymerization contraction stress of low-shrinkage composites and its correlation with microleakage in class V restorations. *J Dent* 2004;32(5):407-12.

Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiant exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dent Mater* 2006;22(9):799-803.

Carmichael AJ, Gibson JJ, Walls AW. Allergic contact dermatitis to bisphenol-A-glycidyl dimethacrylate (BIS-GMA) dental resin associated with sensitivity to epoxy resin. *Brit Dent J* 1997;183(8):297-8.

Cenci M, Demarco F, de Carvalho R. Class II composite resin restorations with two polymerization techniques: relationship between microtensile bond strength and marginal leakage. *J Dent* 2005;33(7):603-10.

Choi KK, Condon JR, Ferracane JL. The effects of adhesive thickness on polymerization contraction stress of composite. *J Dent Res* 2000;79(3):812-7.

Chung KH, Greener EH. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. *J Oral Rehabil* 1990;17(5):487-94.

Cook WD, Johannson M. The influence of postcuring on the fracture properties of photo-cured dimethacrylate based dental composite resin. *J Biomed Mater Res* 1987;21(8):979-89.

Correr AB, Sinhoreti MA, Correr Sobrinho L, Tango RN, Schneider LF, Consani S. Effect of the increase of energy density on knoop hardness of dental composites light-cured by conventional QTH, LED and xenon plasma arc. *Braz Dent J* 2005;16(3):218-24.

Costa Pfeifer CS, Braga RR, Cardoso PE. Influence of cavity dimensions, insertion technique and adhesive system on microleakage of Class V restorations. *J Amer Dent Ass* 2006;137(2):197-202.

Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF, Giudici R. Polymerization kinetics of pre-heated composite. *J Dent Res* 2006;85(1):38-43.

Dauvillier BS, Aarnts MP, Feilzer AJ. Developments in shrinkage control of adhesive restoratives. *J Esthet Dent* 2000;12(6):291-9.

Dewaele M, Truffier-Boutry D, Devaux J, Leloup G. Volume contraction in photocured dental resins: the shrinkage-conversion relationship revisited. *Dent Mater* 2006;22(4):359-65.

Dolez P, Marek M, Love BJ. Photopolymerizable acrylic resin: effect of curing time and temperature. *J Appl Polym Sci* 2001;82(1):546-54.

Emami N, Soderholm KJ. How light irradiance and curing time affect monomer conversion in light-cured resin composites. *Eur J Oral Sci* 2003;111(6):536-42.

Emami N, Soderholm KJ, Berglund LA. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. *J Dent* 2003;31(3):189-96.

Ernst CP, Canbek K, Aksogan K, Willershausen B. Two-year clinical performance of a packable posterior composite with and without a flowable composite liner. *Clin Oral Invest* 2003;7(3):129-34.

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

Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. *J Dent Res* 1984;63(8):1093-5.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986;20(1):121-31.

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

Ferracane JL, Marker VA. Solvent degradation and reduced fracture toughness in aged composites. *J Dent Res* 1992;71(1):13-9.

Ferracane JL, Mitchem JC. Relationship between composite contraction stress and leakage in Class V cavities. *Am J Dent* 2003;16(4):239-43.

Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *J Dent Res* 1997;76(8):1508-16.

Fritz UB, Finger WJ. Bonding efficiency of single-bottle enamel/dentin adhesives. *Am J Dent* 1999;12(6):277-82.

Goodis HE, White JM, Andrews J, Watanabe LG. Measurement of temperature generated by visible-light-cure lamps in an in vitro model. *Dent Mater* 1989;5(4):230-4.

Goracci C, Sadek FT, Monticelli F, Cardoso PE, Ferrari M. Microtensile bond strength of self-etching adhesives to enamel and dentin. *J Adhes Dent* 2004;6(4):313-8.

Guzman-Ruiz S, Armstrong SR, Cobb DS, Vargas MA. Association between microtensile bond strength and leakage in the indirect resin composite/dentin adhesively bonded joint. *J Dent* 2001;29(2):145-53.

Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18(6):463-9.

Hansel C, Leyhausen G, Mai UE, Geurtsen W. Effects of various resin composite (co)monomers and extracts on two caries-associated micro-organisms in vitro. *J Dent Res* 1998;77(1):60-7.

Hashimoto M, Sano H, Yoshida E, Hori M, Kaga M, Oguchi H, et al. Effects of multiple adhesive coatings on dentin bonding. *Oper Dent* 2004;29(4):416-23.

Hofmann N, Hugo B, Klaiber B. Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. *Eur J Oral Sci* 2002;110(6):471-9.

Ito S, Tay FR, Hashimoto M, Yoshiyama M, Saito T, Brackett WW, et al. Effects of multiple coatings of two all-in-one adhesives on dentin bonding. *J Adhes Dent* 2005;7(2):133-41.

Jorgensen KD, Asmussen E, Shimokobe H. Enamel damages caused by contracting restorative resins. *Scand J Dent Res* 1975;83(2):120-2.

Kallenos TN, Al-Badawi E, White GE. An in vitro evaluation of microleakage in class I preparations using 5th, 6th and 7th generation composite bonding agents. *J Clin Ped Dent* 2005;29(4):323-8.

Kanca J, 3rd, Suh BI. Pulse activation: reducing resin-based composite contraction stresses at the enamel cavosurface margins. *Am J Dent* 1999;12(3):107-12.

Kelly JR. Evidence-based decision making: Guide to reading the dental materials literature. *J Prosth Dent* 2006;95(2):152-60.

Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Marginal sealing of curing contraction gaps in Class V composite resin restorations. *J Dent Res* 1988;67(5):841-5.

Kemp-Scholte CM, Davidson CL. Complete marginal seal of Class V resin composite restorations effected by increased flexibility. *J Dent Res* 1990;69(6):1240-3.

Kirkpatrick SJ. A primer on radiometry. *Dent Mater* 2005;21(1):21-6.

Koliniotou-Koumpia E, Dionysopoulos P, Koumpia E. In vivo evaluation of microleakage from composites with new dentine adhesives. *J Oral Rehabil* 2004;31(10):1014-22.

Lee SY, Greener EH. Effect of excitation energy on dentine bond strength and composite properties. *J Dent* 1994;22(3):175-81.

Lohbauer U, Rahiotis C, Kramer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dent Mater* 2005;21(7):608-15.

Loney RW, Price RB. Temperature transmission of high-output light-curing units through dentin. *Oper Dent* 2001;26(5):516-20.

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

Lovell LG, Newman SM, Donaldson MM, Bowman CN. The effect of light intensity on double bond conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. *Dent Mater* 2003;19(6):458-65.

Lovell LG, Berchtold KA, Elliot JE, Hui L, Bowman CN. Understanding the kinetics and network formation of dimethacrylate dental resins. *Polym Adv Technol* 2001;12(1):335-45.

Loza-Herrero MA, Rueggeberg FA, Caughman WF, Schuster GS, Lefebvre CA, Gardner FM. Effect of heating delay on conversion and strength of a post-cured resin composite. *J Dent Res* 1998;77(2):426-31.

Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Towards the elucidation of shrinkage stress development and relaxation in dental composites. *Dent Mater* 2004;20(10):979-86.

Lu H, Stansbury JW, Dickens SH, Eichmiller FC, Bowman CN. Probing the origins and control of shrinkage stress in dental resin composites. II. Novel method of simultaneous measurement of polymerization shrinkage stress and conversion. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2004;71(1):206-13.

Manhart J, Neuerer P, Scheibenbogen-Fuchsbrunner A, Hickel R. Three-year clinical evaluation of direct and indirect composite restorations in posterior teeth. *J Prosth Dent* 2000;84(3):289-96.

Maurin JC, Lagneau C, Durand M, Lissac M, Seux D. Tensile and shear bond strength evaluation of a total-etch three-step and two self-etching one-step dentin bonding systems. *J Adhes Dent* 2006;8(1):27-30.

McCabe JF, Carrick TE. Output from visible-light activation units and depth of cure of light-activated composites. *J Dent Res* 1989;68(11):1534-9.

Nomoto R, McCabe JF, Hirano S. Comparison of halogen, plasma and LED curing units. *Oper Dent* 2004;29(3):287-94.

Odian G. Principles of polymerization. 3rd ed. New York: John Wiley & Sons; 1991.

Ogata M, Harada N, Yamaguchi S, Nakajima M, Tagami J. Effect of self-etching primer vs phosphoric acid etchant on bonding to bur-prepared dentin. *Oper Dent* 2002;27(5):447-54.

Okuda M, Pereira PN, Nakajima M, Tagami J, Pashley DH. Long-term durability of resin dentin interface: nanoleakage vs. microtensile bond strength. *Oper Dent* 2002;27(3):289-96.

Park JW, Ferracane JL. Measuring the residual stress in dental composites using a ring slitting method. *Dent Mater* 2005;21(9):882-9.

Pearson GJ, Longman CM. Water sorption and solubility of resin-based materials following inadequate polymerization by a visible-light curing system. *J Oral Rehabil* 1989;16(1):57-61.

Perdigao J, Gomes G, Duarte S, Jr., Lopes MM. Enamel bond strengths of pairs of adhesives from the same manufacturer. *Oper Dent* 2005;30(4):492-9.

Perdigao J, Lambrechts P, van Meerbeek B, Tome AR, Vanherle G, Lopes AB. Morphological field emission-SEM study of the effect of six phosphoric acid etching agents on human dentin. *Dent Mater* 1996;12(4):262-71.

Peutzfeldt A, Asmussen E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. *J Dent* 2000;28(6):447-52.

Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res* 2005;84(7):659-62.

Prati C, Chersoni S, Montebugnoli L, Montanari G. Effect of air, dentin and resin-based composite thickness on light intensity reduction. *Am J Dent* 1999;12(5):231-4.

Rueggeberg FA, Hashinger DT, Fairhurst CW. Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. *Dent Mater* 1990;6(4):241-9.

Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis Jr JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper Dent* 1994;19(1):26-32.

Ruyter IE, Svendsen SA. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. *Acta Odontol Scand* 1978;36(2):75-82.

Sadek FT, Goracci C, Cardoso PE, Tay FR, Ferrari M. Microtensile bond strength of current dentin adhesives measured immediately and 24 hours after application. *J Adhes Dent* 2005;7(4):297-302.

Sadek FT, Calheiros FC, Cardoso PE, Tay FR, Ferrari M. Early and 24-hour bond strength and degree of conversion of current adhesive systems. (accepted 14/08/2006). *Am J Dent* 2006;

Sakaguchi RL, Berge HX. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent* 1998;26(8):695-700.

Sakaguchi RL, Ferracane JL. Effect of light power density on development of elastic modulus of a model light-activated composite during polymerization. *J Esthet Restor Dent* 2001;13(2):121-30.

Sakrana AA, Tanoue N, Kawasaki K, Matsumura H. One-year clinical evaluation of two composite materials used for anterior class V restorations. *J Oral Rehabil* 2004;31(10):985-90.

Schneider LF, Consani S, Correr-Sobrinho L, Correr AB, Sinhoreti MA. Halogen and LED light curing of composite: temperature increase and Knoop hardness. *Clin Oral Investig* 2006;10(1):66-71.

Sobrinho LC, Goes MF, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Correlation between light intensity and exposure time on the hardness of composite resin. *J Mater Scie: Mater in Med* 2000;11(6):361-4.

Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dent Mater* 2005;21(1):56-67.

Tanumiharja M, Burrow MF, Tyas MJ. Microtensile bond strengths of seven dentin adhesive systems. *Dent Mater* 2000;16(3):180-7.

Tarle Z, Knezevic A, Demoli N, Meniga A, Sutaloa J, Unterbrink G, et al. Comparison of composite curing parameters: effects of light source and curing mode on conversion, temperature rise and polymerization shrinkage. *Oper Dent* 2006;31(2):219-26.

Tarumi H, Imazato S, Ehara A, Kato S, Ebi N, Ebisu S. Post-irradiation polymerization of composites containing bis-GMA and TEGDMA. *Dent Mater* 1999;15(4):238-42.

Toledano M, Osorio R, Ceballos L, Fuentes MV, Fernandes CA, Tay FR, et al. Microtensile bond strength of several adhesive systems to different dentin depths. *Am J Dent* 2003;16(5):292-8.

Turkun LS, Aktener BO, Ates M. Clinical evaluation of different posterior resin composite materials: a 7-year report. *Quint Inter* 2003;34(6):418-26.

Tyas MJ, Burrow MF. Three-year clinical evaluation of One-Step in non-carious cervical lesions. *Am J Dent* 2002;15(5):309-11.

Vandewalle KS, Roberts HW, Tiba A, Charlton DG. Thermal emission and curing efficiency of LED and halogen curing lights. *Oper Dent* 2005;30(2):257-64.

Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dent Mater* 2004;20(1):96-106.

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Distribution of transient properties during polymerization of a light-initiated restorative composite. *Dent Mater* 2004;20(6):543-53.

Watts DC. Reaction kinetics and mechanics in photo-polymerised networks. *Dent Mater* 2005;21(1):27-35.

Watts DC, Cash AJ. Analysis of optical transmission by 400-500 nm visible light into aesthetic dental biomaterials. *J Dent* 1994;22(2):112-7.

Yap AU, Seneviratne C. Influence of light energy density on effectiveness of composite cure. *Oper Dent* 2001;26(5):460-6.

Yeaman JA. Factors affecting cure of visible light activated composites. *Int Dent J* 1985;35(3):218-25.

Yesilyurt C, Bulucu B. Bond strength of total-etch and self-etch dentin adhesive systems on peripheral and central dentinal tissue: a microtensile bond strength test. *J Contemp Dent Pract* 2006;7(2):26-36.

Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002;29(12):1165-73.

Zar JH. *Biostatistical analyses*. 4a. ed. New Jersey: 1999.

ANEXO

Valores de “p” para homocedasticidade, normalidade e ANOVA

Variável		Homocedasticidade	Normalidade	ANOVA	
		Levene	Anderson-Darling		
GC	topo	0,356	0,045	0,000	
10 min	base	0,292	0,082	0,000	
GC 48h	topo	0,819	0,341	0,000	
	base	0,948	0,165	0,000	
R_p^{\max}	topo	0,979	0,117	0,961	
	base	0,766	0,677	0,233	
	TP 1 mm	0,223	0,005	0,000	
	TP 2 mm	0,112	0,030	0,000	
KHN 10 min	topo	0,817	0,100	0,000	
1 mm	base	0,638	0,474	0,000	
KHN 10 min	topo	0,193	0,145	0,000	
2 mm	base	0,631	0,073	0,000	
KHN 48 h	topo	0,424	0,053	0,000	
	base	0,272	0,043	0,000	
Resistência à flexão		0,150	0,002	0,000	
Módulo de elasticidade		0,074	0,000	0,000	
Microinfiltr. Máxima		0,245	0,000	adesivo	0,071
		Teste de Cochran		dose	0,000
				interação	0,179
Microinfiltr. Média		0,379	0,040	adesivo	0,000
				dose	0,000
				interação	0,057

Livros Grátis

(<http://www.livrosgratis.com.br>)

Milhares de Livros para Download:

[Baixar livros de Administração](#)

[Baixar livros de Agronomia](#)

[Baixar livros de Arquitetura](#)

[Baixar livros de Artes](#)

[Baixar livros de Astronomia](#)

[Baixar livros de Biologia Geral](#)

[Baixar livros de Ciência da Computação](#)

[Baixar livros de Ciência da Informação](#)

[Baixar livros de Ciência Política](#)

[Baixar livros de Ciências da Saúde](#)

[Baixar livros de Comunicação](#)

[Baixar livros do Conselho Nacional de Educação - CNE](#)

[Baixar livros de Defesa civil](#)

[Baixar livros de Direito](#)

[Baixar livros de Direitos humanos](#)

[Baixar livros de Economia](#)

[Baixar livros de Economia Doméstica](#)

[Baixar livros de Educação](#)

[Baixar livros de Educação - Trânsito](#)

[Baixar livros de Educação Física](#)

[Baixar livros de Engenharia Aeroespacial](#)

[Baixar livros de Farmácia](#)

[Baixar livros de Filosofia](#)

[Baixar livros de Física](#)

[Baixar livros de Geociências](#)

[Baixar livros de Geografia](#)

[Baixar livros de História](#)

[Baixar livros de Línguas](#)

[Baixar livros de Literatura](#)
[Baixar livros de Literatura de Cordel](#)
[Baixar livros de Literatura Infantil](#)
[Baixar livros de Matemática](#)
[Baixar livros de Medicina](#)
[Baixar livros de Medicina Veterinária](#)
[Baixar livros de Meio Ambiente](#)
[Baixar livros de Meteorologia](#)
[Baixar Monografias e TCC](#)
[Baixar livros Multidisciplinar](#)
[Baixar livros de Música](#)
[Baixar livros de Psicologia](#)
[Baixar livros de Química](#)
[Baixar livros de Saúde Coletiva](#)
[Baixar livros de Serviço Social](#)
[Baixar livros de Sociologia](#)
[Baixar livros de Teologia](#)
[Baixar livros de Trabalho](#)
[Baixar livros de Turismo](#)