

**SILVÉRIO DE ALMEIDA SOUZA TORRES**

**PROFUNDIDADE DE POLIMERIZAÇÃO DE UM  
COMPÓSITO À BASE DE SILORANO ATIVADO POR  
DIFERENTES FONTES DE LUZ**

*DEPTH OF CURE OF A SILORANE BASED COMPOSITE BY  
DIFFERENT SOURCES OF LIGHT*

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

BELO HORIZONTE – MINAS GERAIS

2010

**SILVÉRIO DE ALMEIDA SOUZA TORRES**

**PROFUNDIDADE DE POLIMERIZAÇÃO DE UM  
COMPÓSITO À BASE DE SILORANO ATIVADO POR  
DIFERENTES FONTES DE LUZ**

*DEPTH OF CURE OF A SILORANE BASED COMPOSITE BY  
DIFFERENT SOURCES OF LIGHT*

Dissertação apresentada ao Colegiado de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais, como pré-requisito para obtenção do título de Mestre em Clínica Odontológica.

Área de concentração: Clínica Odontológica

Orientador: Prof. Dr. Allyson Nogueira Moreira

Co-orientadora: Profa. Dra. Cláudia Silami de Magalhães

UNIVERSIDADE FEDERAL DE MINAS GERAIS

FACULDADE DE ODONTOLOGIA

BELO HORIZONTE – MINAS GERAIS

2010

## **DEDICATÓRIA**

Dedico este trabalho ao meu avô, o cirurgião-dentista Benjamin Gomes Torres por ter despertado em mim, o desejo de seguir esta profissão tão maravilhosa. Exemplo de dignidade e ética socializou a odontologia em São Domingos do Prata - MG. Em seu consultório, propiciou à população o acesso a uma saúde bucal integral e igualitária. Agradeço-lhe por ter me ensinado que os verdadeiros homens ficam marcados por suas atitudes coletivas.

## **AGRADECIMENTOS ESPECIAIS**

À Deus por sempre estar presente em minha vida, me fortalecendo e norteando o meu caminho quando em meio a tantos questionamentos eu perco a direção;

Aos meus pais José Silvério e Ana Maria sempre tão incentivadores, me ensinaram a lutar pelos meus ideais sem prejudicar as outras pessoas;

A minha irmã Silvana e ao meu cunhado Luiz Pacífico, por me mostrarem que os nossos verdadeiros presentes são conquistados;

Ao meu irmão Marcelo, exemplo de obstinação e trabalho, pelo incentivo mesmo que de um jeito “marrento”. Obrigado mesmo, você sabe que me ajudou muito;

Ao meu irmão Carlos Eduardo. Jamais esquecerei as suas palavras: “Só estarei feliz, se você estiver feliz”. Não tenho palavras para te agradecer. Fico feliz pela maravilhosa família que construiu: a Leandra, o João e a Elisa, aos quais estendo os meus agradecimentos;

A minha avó Maria Ozita, matriarca da família, por me mostrar uma alegria de viver inigualável;

Aos meus familiares em nome da “Tia Madalena”, pela satisfação estampada no olhar a cada conquista minha, além do apoio contínuo. Na realidade essa conquista é de todos nós;

Ao “Tio Pedro” e ao “Tio Marcos” por me ajudarem de forma direta, cada um de sua forma, na consecução deste projeto;

À Jaqueline, “mulher de fibra”, companheira, sempre centrada em suas metas, me ajudou a ser mais organizado no trabalho. Obrigado pelo carinho e incentivo.

Ao Rafael Santiago, grande amigo, por me ajudar no consultório nas minhas ausências e sempre proferir palavras incentivadoras;

## **AGRADECIMENTOS**

À Universidade Federal de Minas Gerais (UFMG) em nome do magnífico reitor Clélio Campolina Diniz e da vice-reitora Rocksane de Carvalho Norton;

À Faculdade de odontologia da Universidade Federal de Minas Gerais, nas pessoas do diretor Evandro Neves Abdo e da vice-diretora Andréa Maria Duarte Vargas;

Ao Prof. Dr. Saul Martin Paiva, coordenador dos cursos de pós-graduação da Faculdade de odontologia da UFMG;

Ao meu orientador Prof. Dr. Allyson Nogueira Moreira, agradeço-lhe pela “acolhida científica” e pelos ensinamentos. Os grandes mestres ficam marcados na vida dos seus discípulos;

À minha co-orientadora Profa. Dra. Cláudia Silami de Magalhães, exemplo de retidão e racionalidade. Obrigado por ter me chamado atenção quando necessário e me elogiar quando observava que eu estava no caminho certo. A sua convivência me fez crescer como homem.

Ao meu parceiro de pesquisa Ms. Daniel Maria Andrada (CDTN/CNEN), por me mostrar em cada obstáculo uma alternativa, virtude de um verdadeiro pesquisador. Este trabalho tem plena participação sua.

À doutoranda Audrey Cristina Bueno que de forma tão solícita nos ajudou a resolver os problemas de estatística;

À Profa. Dra. Maria Esperanza Cortes Segura por me ensinar a buscar a excelência nas apresentações;

Ao Prof. Dr. Fernando Soares Lameiras por abrir um espaço para mim dentro do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN);

Ao Prof. Dr. Wagner Reis (CDTN) e aos alunos de iniciação Elen e Angel do laboratório de metalografia – CDTN/CNEN, pela realização das medidas de microdureza Knoop;

As Profas. Dras. Clascídia e Adelina que de forma tão generosa me acolheram no laboratório de Química e Nanoestruturas no CDTN/CNEN;

Ao coordenador do curso de odontologia das Faculdades Unidas do Norte de Minas (FUNORTE) Altair Soares de Moura pela oportunidade, a mim concedida, de seguir na vida acadêmica como professor;

Aos colegas de trabalho na FUNORTE, ao professor João Lima e à professora Fabiola Belkiss por estarem sempre dispostos a me ajudar, incentivando esta minha etapa de crescimento profissional;

À Profa. Dra. Adriana Maria Botelho e ao Prof. Dr. Geraldo D'Ávila Junior, pela minha iniciação na pesquisa durante a graduação na Faculdade Federal de Odontologia de Diamantina-MG, atualmente Universidade Federal do Vales do Jequitinhonha e Mucuri-MG (UFVJM);

Ao Dr. André Luis Faria e Silva (UFS), que em muito contribuiu para algumas reorientações desta pesquisa;

Ao Prof. Dr. Roberto Ruggiero Braga (FOUSP) que mesmo muito atarefado, me recebeu na Faculdade de Odontologia da USP-SP, dando sugestões altamente proveitosas.

Ao Geraldo Scoralick do laboratório de serviço de integridade estrutural (SEIES) CDTN/CNEN pelo apoio na confecção das matrizes de nylon;

À Kerr Sybron Dental Specialties representada pela Kavo do Brasil pela doação do aparelho Optilux 501, unidade fotoativadora utilizada nesta pesquisa;

À SDI (Southern Dental Industries) em nome da Helena pelo empréstimo do Raddi-Cal, unidade fotoativadora também utilizada nesta pesquisa.

À 3M-ESPE, em nome da sua representante Gabrielle C. Santos, pela doação das resinas Filtek™ P90;

Aos funcionários da secretária de pós-graduação da Faculdade de Odontologia da UFMG. Laís, Zuleica, Beth e Rafael fica registrado o meu muito obrigado pela presteza a mim dispensada durante este período;

Enfim, agradeço a todos que contribuíram de forma direta e indireta para a concretização deste momento tão sonhado e esperado.

De verdade, o meu muito obrigado.



*“Cada ser vivo, ao nascer, tem dois caminhos a trilhar: um caminho é o da busca incessante de conhecimento por aquilo que lhe interessa, o outro é o do não caminhar e continuar sendo um selvagem homenzinho....”*

(Paulo Autran)

## RESUMO

A profundidade de polimerização de um compósito pode ser analisada através da avaliação de propriedades mecânicas como a dureza e a resistência à flexão, ou por meio do grau de conversão que, por sua vez, pode ser medido por: espectroscopia no infravermelho (FTIR e RAMAN), por ressonância paramagnética nuclear (NMR) e através de análises térmicas como a calorimetria exploratória diferencial (DSC) e ainda, análises termo ou dinâmico-mecânicas. Recentemente, uma resina composta formulada com base no monômero silorano foi disponibilizada no mercado. Quando nos referimos aos polímeros odontológicos, este monômero apresenta um processo de polimerização distinto (polimerização por abertura de anéis), alterando também a forma de mensuração do seu grau de conversão (DC). O objetivo deste estudo foi pesquisar a profundidade de polimerização, através da espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier e da microdureza Knoop (KH), em um compósito à base de silorano FILTEK P90™/3M-ESPE (FP90). Realizou-se um estudo experimental, *in vitro*, delineado em blocos completos aleatorizados (Blocos: A, B, C, D), onde os fatores em estudo foram as fontes de luz em três níveis: Rádi-cal/SDI (R), Bluephase/Ivoclar-Vivadent (BP) e Optilux 501/SDS-kerr (OP) e as profundidades de polimerização em quatro níveis (2, 3, 4 e 5 mm). As unidades experimentais foram corpos de prova (n=4) confeccionados em resina composta (FP90) a partir de uma matriz de nylon com orifício central de 5mm de diâmetro seccionada em quatro profundidades. A determinação do grau de conversão no processo de polimerização foi baseada na medida da diminuição da intensidade relativa da banda de estiramento “C-O-C” dos anéis oxiranos em  $883\text{ cm}^{-1}$ , quando o monômero é convertido em polímero. O padrão de normalização utilizado foi a banda referente às vibrações de estiramento “C-H” centradas em  $2919\text{ cm}^{-1}$ . Para a realização dos testes de dureza (KH) foram realizadas cinco endentações, utilizando uma carga de 50g durante um período de 50 segundos. Os dados obtidos foram submetidos aos testes de Barlett e Levene para a verificação da normalidade e da homocedasticidade. Considerando os resultados destes testes, os gráficos das curvas de normalidade e o n=4, optou-se pela utilização do teste não-paramétrico de Friedman. Após análise dos dados, não foi verificada influência das unidades fotoativadoras no DC ( $p=0,472$ ) e na KH ( $p=0,174$ ) para as profundidades estudadas. O teste de Friedman mostrou efeito significativo das profundidades sobre o DC ( $p=0,007$ ;  $dms=7,96$ ), sendo significativamente maior na profundidade de 2mm [ $72,85(65,71-78,66)$ ], quando comparado às profundidades de 4mm [ $40,78(10,27-56,86)$ ] e de 5mm [ $21,15(7,08-31,34)$ ]. Também

mostrou efeito significativo das profundidades sobre a KH ( $p=0,007$ ;  $dms=7,96$ ). A KH foi significativamente maior na profundidade de 2 mm [41,76(39,98-41,82)], quando comparada às profundidades de 4mm [33,09(20,11-34,74)] e de 5mm [20,23(10,22-24,81)]. Tanto para o grau de conversão quanto para a microdureza Knoop, não houve diferença estatística nas profundidades de 2mm e de 3mm. A análise de Spearman verificou uma correlação linear positiva entre as variáveis DC e KH para o compósito FP90 ( $r=0,858$ ;  $p<0,000$ ). O presente estudo concluiu que, embora a influência das unidades fotoativadoras utilizadas neste estudo não tenha sido verificada, os valores de DC e KH para o compósito a base de silorano Filtek P90™/3M-ESPE diminuíram em função da profundidade, apresentando maiores valores na profundidade de 2mm.

Palavras-chave: Grau de conversão, profundidade de cura, silorano, microdureza Knoop

## ABSTRACT

The depth cure of a composite can be analyzed by evaluating the mechanical properties such as hardness and flexural strength or by the degree of conversion which in turn can be measured by spectroscopy (FTIR and RAMAN), nuclear magnetic resonance (NMR); and thermal analysis as the differential scanning calorimetry (DSC) and thermal or dynamic-mechanical analyses. Recently, a composite based in silorane monomer was available on the market. When we refer to dental polymers, this type of monomer provides a distinct polymerization process (cationic ring-opening system), changing also the way of measuring the degree of conversion. The purpose of this study was to investigate the depth of cure, assessed for Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR) and microhardness Knoop (HK) in the silorane based composite Filtek™ P90/3M-ESPE (FP90). An experimental study, in vitro, delineated in randomized complete blocks (Blocks A, B, C, D), where the factors under studied were the light curing units (LCUs) in three levels: Radii-cal/SDI (R), Bluephase G2/ Ivoclar-Vivadent (BP) and Optilux 501/SDS-kerr (OP) and the curing depth of four levels (2, 3, 4 and 5 mm), was conducted. The experimental units were specimens (n = 4) made with FP90 from an array of nylon with the center hole of 5mm in diameter previously sectioned into four depths. The degree of conversion in the polymerization process was based on the extent of the decrease in relative intensity of the stretching band "C-O-C" oxirane rings in  $883\text{ cm}^{-1}$ , when the monomer is converted to polymer. The normalization standard used was a band related to stretching vibrations of "C-H" located at  $2919\text{ cm}^{-1}$ . For the tests of microhardness (KH) were used a load of 50g for a period of 50 seconds. The data were subjected to Levene and Bartlett tests for the verification of normality and homoscedasticity. Considering the results of Bartlett and Levene tests, the graphs of normal curves and the n = 4, the nonparametric Friedman's test was used to study the effect of each factors alone. There was no effect of LCUs on the DC (p = 0.472) and KH (p = 0.174) for the studied depths. The Friedman's test showed significant effect of depth on the DC (p = 0.007; dms = 7.96) and was significantly higher in the depth of 2mm [72,85<sup>(65,71-78,66)</sup>] compared to depths of 4mm [40,78<sup>(10,27-56,86)</sup>] and 5mm [21,15<sup>(7,08-31,34)</sup>]. The Friedman's test also showed significant effect of depth on KH (p = 0.007; dms = 7.96). The KH was significantly higher at depth 2 mm [41,76<sup>(39,98-41,82)</sup>] compared to depths of 4mm [33,09<sup>(20,11-34,74)</sup>] and 5mm [20,23<sup>(10,22-24,81)</sup>]. Spearman's analysis found a positive linear correlation between the variables KH and DC for Filtek™ P90/3M-ESPE (r=0,858; p<0,000). This study concluded that although the

effect of polymerization units have not been verified in this study, the values of DC and KH for silorane based composite Filtek P90™/3M-ESPE decreased with depth, maintaining satisfactory to a depth of 2mm

Key Words: Degree of conversion, depth cure, silorane, microhardness Knoop

## LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

**Bis-GMA** - Bisfenol A Glicidil Metacrilato

**Dp** – densidade de potência

**GMA** - Glicidil Metacrilato

**DC** - Grau de conversão

**LED** – *Light Emission Diode* (Diodo Emissor de Luz)

**MTT** – brometo de 3-[4,5-dimetil-tiazol-2-il]-2,5-difeniltetrazólio

**ORMOCER** – *Organic Modified Ceramic*

**QTH** – Quartzo-Tungstênio-Halogênio

**SCE** - *Sister Chromatid Exchange*

**SDH** - succinato hidrogenase

**SOC** – Espiroortocarbonato

**UEDMA/UDMA** - Uretano dimetacrilato

## LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. Espectrômetro USB 4000 .....	43
FIGURA 2. Equipamento para realização de Análise térmica diferencial (DTA) e termogravimetria (TG) modelo SDT 2960 .....	45
FIGURA 3. Espectrômetro RAMAN modelo IHR550 .....	45
FIGURA 4. Espectrômetro de dispersão de energia por RX modelo ZSX Primus II. ....	46
FIGURA 5. Matriz utilizada no estudo apresentando todos os seus componentes. Em (A) anéis especiais para cada unidade fotoativadora, (B) cilindro principal e (C) anéis intercambiáveis.....	47
FIGURA 6. A) Confecção dos corpos de prova e B) Representação esquemática da confecção dos corpos de prova .....	48
FIGURA 7. A) Espectrômetro de FTIR-Thermo Nicolet (6700) acoplado ao microscópio Nicolet Centaurus (C) e ao acessório de Micro-ATR (Ge) (B). Em (D) visualização do Micro-ATR (Ge) realizando uma medida.....	49
FIGURA 8. Distribuição das medidas de Micro-ATR (Ge) nos corpos de prova.....	49
FIGURA 9. Equipamento FM-700 acoplado a um sistema de teste de microdureza automático FM-ARS-9000. ....	50
FIGURA 10. Representação esquemática do posicionamento das endentações na base do corpo de prova. ....	51
FIGURA 11. Pontas condutoras de luz em A) Optilux 501/SDS-Kerr, B) Ralii-cal/SDI e C)Bluephase G2/Ivoclar-Vivadent .....	54

## LISTA DE TABELAS

- TABELA 1. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito dos aparelhos fotoativadores sobre o grau de conversão (GC) do compósito Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE ..... 56
- TABELA 2. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito da profundidade sobre o grau de conversão do compósito Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE ..... 57
- TABELA 3. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito do aparelho fotoativador sobre a dureza Knoop (HK) do compósito Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE..... 59
- TABELA 4. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito da profundidade sobre a dureza Knoop do compósito Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE..... 59



## LISTA DE QUADROS

QUADRO 1. Distribuição aleatorizada dos fatores em estudo (profundidade de polimerização e unidades fotoativadoras) em cada bloco (A, B, C e D) totalizando 48 amostras .....	41
QUADRO 2. Ficha de informação sobre produtos químicos (FISPQ), Departamento de Toxicologia da 3M do Brasil LTDA (Março/2009) .....	42
QUADRO 3. Medidas do espectro de emissão e do diâmetro das pontas condutoras de luz fornecidos pelo fabricante (F) e os dados encontrados no estudo (E). .....	54
QUADRO 4. Resultados das densidades de potência de cada fotoativador obtidos para regiões específicas, seguindo a norma ISO/LS 10650. ....	55
QUADRO 5. Valores de grau de conversão (GC) para os fatores em estudo em cada bloco. Três medidas foram realizadas em cada corpo de prova (P <sub>1</sub> , P <sub>2</sub> , P <sub>3</sub> ).....	57
QUADRO 6. Valores de Microdureza Knoop (HK) para os fatores em estudo em cada bloco. Cinco medidas foram realizadas em cada corpo de prova (P <sub>1</sub> , P <sub>2</sub> , P <sub>3</sub> , P <sub>4</sub> , e P <sub>5</sub> ).....	59

## LISTA DE GRÁFICOS

GRÁFICO 1. Espectros de emissão obtidos a partir do espectrômetro USB 4000.....	53
GRÁFICO 2. Representação das medidas de TG/DTA realizadas para a FP90 polimerizada e não polimerizada.....	56
GRÁFICO 3. Espectro da FP90 obtido por espectroscopia RAMAN .....	56
GRÁFICO 4. Espectroscopia de dispersão de energia por RX (EDX) evidenciando a presença de Ítrio e Iodo. ....	56
GRÁFICO 5. Identificação das bandas utilizadas para mensuração do grau de conversão. (a) Ligação “C-H” ( $2919\text{ cm}^{-1}$ )/Padrão Interno e (b) banda referente aos anéis oxirano ( $883\text{cm}^{-1}$ ). ....	58
GRÁFICO 6. Visualização da redução da banda “C-O-C” ( $883\text{ cm}^{-1}$ ) sugerindo a abertura dos anéis.....	59
GRÁFICO 7. Diagrama de dispersão dos dados de grau de conversão (%) no eixo x plotados em função da dureza (KHN) no eixo y, do compósito Filtek P90™/3M-ESPE .....	61

## SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	19
2 REVISÃO DE LITERATURA .....	22
2.1 Evolução das resinas compostas, matrizes orgânicas e matrizes de baixa contração.....	22
2.2 Compósito à base de silorano .....	24
2.3 Fontes de polimerização e os protocolos de fotoativação para a resina Filtek P90/3M-ESPE.....	34
2.4 Profundidade de polimerização, microdureza, grau de conversão e a sua correlação.....	36
3 OBJETIVOS.....	40
4 MATERIAL E MÉTODOS.....	41
4.1 Delineamento do experimento.....	41
4.2 Materiais empregados.....	42
4.3 Unidades Fotoativadoras .....	42
4.3.1 Determinação do espectro de emissão e densidade de potência (Dp) de cada aparelho .....	43
4.4 Caracterização do compósito Filtek P90™/3M-ESPE por meio da análise térmica diferencial (DTA), espectroscopia RAMAN e espectroscopia de dispersão de energia por RX (EDX).....	44
4.5 Confeção dos corpos-de-prova .....	46
4.6 Determinação do grau de conversão.....	49
4.7.Determinação da microdureza Knoop .....	50
4.8 Análise estatística.....	51
5 RESULTADOS .....	53
5.1Unidades Fotoativadoras .....	53
5.2Caracterização da resina Filtek P90/3M-ESPE (FP90) por termogravimetria (TG/DTA), espectroscopia RAMAN e EDX.....	55
5.3 Determinação do grau de conversão.....	57
5.4 Determinação da microdureza Knoop.....	59
5.5 Correlação entre a microdureza knoop e o grau de conversão.....	60

6 DISCUSSÃO.....	62
7 CONCLUSÕES.....	67
..	
REFERENCIAS.....	68

## 1 INTRODUÇÃO

As resinas compostas têm sido extensamente utilizadas em procedimentos restauradores odontológicos. Isto se deve ao aprimoramento de sua composição, ao desenvolvimento dos sistemas adesivos, à utilização de diferentes fontes ativadoras, às novas técnicas de polimerização, bem como as diferentes formas de inserção deste material. Constantes pesquisas com materiais resinosos são realizadas com os objetivos de: melhorar as suas propriedades físico-químicas e mecânicas, como a resistência ao desgaste superficial, diminuir os fenômenos de contração e tensão durante a polimerização e melhorar a inter-relação entre material restaurador e os tecidos dentários adjacentes (PEUTZFELDT, 1997; MOSZNER & SALZ, 2001; RUEGGEBERG, 2002; BRAGA & FERRACANE, 2004).

O estudo dos materiais poliméricos restauradores se iniciou com a utilização das resinas acrílicas que trazem em sua composição monômeros de baixa massa molar (metacrilato de metila). Estes exibem elevada alteração dimensional quando submetidos às variações de temperatura e apresentam altos valores de contração de polimerização, o que pode culminar em falhas clínicas como: descoloração marginal, sensibilidade pós-operatória, microinfiltração e lesões de cárie secundária (PEUTZFELDT, 1997; SILVA E SOUZA JR *et al.*, 2000; MOSZNER & SALZ, 2001; RUEGGEBERG, 2002).

Bowen (1956, 1963) uniu as boas propriedades das resinas epóxicas às resinas acrílicas, acrescentando ao metacrilato de glicidila (GMA) um bisfenol A, formando o Bis-GMA (bisfenol A glicidil metacrilato), uma estrutura orgânica de alta massa molar, capaz de melhorar as propriedades físico-químicas e mecânicas desses compósitos, dando início à era das resinas compostas convencionais. Bowen (1963) ainda desenvolveu um compósito constituído pela matriz orgânica de Bis-GMA associada a partículas inorgânicas de sílica silanizada, que contribuíam para diminuir a contração de polimerização, favorecer a estabilidade dimensional, aumentar a dureza superficial e o módulo de elasticidade destes materiais. Essa resina também apresentava monômeros de baixa massa molar responsáveis pela diminuição da alta viscosidade da matriz de Bis-GMA, conhecidos como TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato). Para potencializar a interação entre a matriz orgânica e as partículas inorgânicas, estas últimas eram tratadas com um agente de união conhecido como silano. A esta composição se deu o nome de “Resina de Bowen”.

Problemas com a contração de polimerização e o desgaste superficial ainda persistiam. A partir de então, começou-se a modificar as partículas inorgânicas dos compósitos odontológicos alterando a proporção, o tamanho, a quantidade e a forma do conteúdo de carga. Concomitantemente, o surgimento de diferentes sistemas de fotoiniciadores contribuiu ainda mais para a melhora das propriedades mecânicas desses materiais (BOWEN, 1956/1963; FERRACANE, 1997; PEUTZFELDT, 1997; MOSZNER & SALZ, 2001; RUEGGEBERG, 2002).

Outros estudos verificaram a proporção matriz/carga e a sua relação com a contração de polimerização, fenômeno inerente às matrizes orgânicas. Esta proporção também estaria relacionada às tensões de polimerização, forças internas provocadas no remanescente dentário durante a contração, porém dependentes da configuração da cavidade, do módulo de elasticidade e do grau de conversão (DC) dos compósitos (LUTZ *et al.*, 1986; FEILZER *et al.*, 1987; DAVIDSON & FEILZER, 1997; BRAGA & FERRACANE, 2004).

Mais tarde, ênfases foram dadas ao aperfeiçoamento da molécula de Bis-GMA e aos estudos de novas matrizes orgânicas. Assim, surgiram novas formulações como: as matrizes de uretano (GLEN, 1979; PEUTZFELDT, 1997; MOSZNER & SALZ, 2001; RUEGGEBERG, 2002), os espiroortocarbonatos com as suas variações (THOMPSON *et al.*, 1979; BYERLEY *et al.*, 1992; EICK *et al.*, 1993), e ainda, as matrizes de ORMOCER (Organic Modified Ceramic), onde partículas de sílica eram inseridas na parte orgânica, reduzindo a contração de polimerização e aumentando os sítios de conversão (WEI *et al.*, 1998; KUNZELMANN *et al.*, 1998).

Em 2005, foi desenvolvida uma matriz orgânica que une as boas propriedades dos oxiranos e dos siloxanos. Individualmente, os oxiranos têm sido usados em inúmeras áreas técnicas, sendo conhecidos por sua baixa contração de polimerização e estabilidade em relação às variações físico-químicas. Já os siloxanos são bem conhecidos por suas aplicações industriais devido ao seu caráter hidrófobo. Esta característica associada à baixa contração dos oxiranos reforça o estudo desta nova matriz, denominada de silorano, atualmente utilizada para a confecção de uma resina de baixa contração para dentes posteriores. Este material apresenta uma baixa contração de polimerização, baseado no seu sistema diferenciado de polimerização, com abertura por meio de cátions dos anéis oxiranos (WEINMANN *et al.*, 2005; PORTELA *et al.*, 2010), uma excelente resistência à flexão (LIEN & VANDEWALLE, 2010; HAHNEL *et al.*, 2010), propriedades físico-químicas e mecânicas comparadas aos compósitos à base de metacrilato (WEINMANN *et al.*, 2005; ILIE & HICKEL, 2006; LIEN & VANDEWALLE, 2010; HAHNEL *et al.*, 2010), além de boa biocompatibilidade

(SCHWEIKL *et al.*, 2002; SCHWEIKL *et al.*, 2004; GOE BRACKETT *et al.*, 2006; EICK *et al.*, 2006; KOSTORYZ *et al.*, 2007).

Fatores como a capacidade de conversão dos monômeros presentes nos compósitos, sua relação com diferentes tipos de unidades ativadoras, com a profundidade de cura e com as suas propriedades mecânicas, são temas amplamente abordados, verificando-se particularidades a cada nova formulação (PEUTZFELDT, 1997; MILLS *et al.*, 1999; RUEGGEBERG, 2002; MENDES *et al.*, 2005; WEINMANN *et al.*, 2005; MORAES *et al.*, 2008).

No que se refere aos compósitos à base de silorano, poucos estudos determinaram o seu grau de conversão (PALIN *et al.*, 2005; ILIE & HICKEL, 2006; PAPADOGIANNIS *et al.*, 2009) e a sua correlação com a propriedade dureza (ILIE & HICKEL, 2006). Neste sentido, o presente estudo tem como objetivo determinar a profundidade de polimerização de um compósito à base de silorano Filtek™ P90/3M-ESPE, através da mensuração do grau de conversão e da microdureza Knoop, sob três diferentes unidades fotoativadoras.

## 2 REVISÃO DE LITERATURA

A rica história das resinas compostas convencionais na odontologia restauradora se iniciou com os estudos de Bowen (1956,1963) e vem apresentando um contínuo desenvolvimento nas últimas décadas, havendo uma sensível melhora em suas propriedades físico-químicas e mecânicas, além de uma aplicação clínica mais abrangente (PEUTZFELDT, 1997; MOSZNER & SALZ, 2001; RUEGGEBERG, 2002).

Introduzidas na década de sessenta em substituição às resinas acrílicas, aos cimentos de silicato e às restaurações metálicas, inicialmente as resinas compostas convencionais não apresentaram desempenho clínico satisfatório. Relatos de baixa resistência ao desgaste, baixa estabilidade dimensional, descoloração marginal, alta contração de polimerização, irritação pulpar e tratamentos endodônticos após a terapêutica com estes materiais, são citados na literatura (SILVA E SOUZA JR *et al.*, 2000).

### 2.1 Evolução das resinas compostas, matrizes orgânicas e matrizes de baixa contração.

Posteriormente ao desenvolvimento da matriz de Bis-GMA por Bowen (1956,1963), novas formulações foram criadas no intuito de melhorar os principais problemas relacionados aos compósitos odontológicos: a contração de polimerização, a tensão de polimerização e a baixa resistência ao desgaste superficial. Alterações no conteúdo inorgânico no que se refere à proporção, ao tamanho, à quantidade e à forma das partículas inorgânicas foram testadas. Estas mudanças juntamente com o surgimento de diferentes sistemas de iniciação, contribuíram para uma melhora considerável nas propriedades biomecânicas desses materiais (PEUTZFELDT, 1997; RUEGGEBERG, 2002). Reconheceu-se que, até certa quantidade (80%/peso), as partículas inorgânicas contribuíam para uma diminuição da contração de polimerização, entretanto a sua incorporação demasiada conferia aos materiais resinosos uma maior rigidez e um menor escoamento durante a fase pré-gel, ocasionando uma maior tensão na interface dente/restauração, mesmo quando apresentavam uma contração de polimerização aceitável. Passou-se então a diferenciar dois eventos: a contração de polimerização, fenômeno inerente às matrizes orgânicas; e as tensões de polimerização, forças



internas provocadas pela contração, também dependentes da configuração da cavidade (Fator C) e da reologia dos compósitos (LUTZ *et al.*, 1986; FEILZER *et al.*, 1987; DAVIDSON & FEILZER, 1997; BRAGA & FERRACANE, 2004).

Davidson & Feilzer (1997) abordaram os problemas referentes à contração e à tensão de polimerização. Para estes autores, a compreensão dos mecanismos que causam estes problemas e das técnicas capazes de reduzir seus efeitos propiciam ao clínico o máximo de benefício em relação à utilização das resinas compostas.

Braga & Ferracane (2004) citaram em uma revisão de literatura as variações dos testes empregados para avaliação da tensão de polimerização e os seus valores para alguns compósitos odontológicos atuais. Estes autores revisaram a validade de estudos referentes à contração de polimerização e a sua relação com os resultados de testes de microinfiltração, o efeito dos baixos valores de conversão sob a tensão e a contração, além da influência dos diferentes modos de ativação e da presença de “*liners*” de baixo módulo de elasticidade na tensão de polimerização. Concluíram que embora os resultados de estudos relacionados à integridade marginal das restaurações fossem inconsistentes, o baixo grau de conversão (DC) poderia estar associado à redução da tensão de polimerização.

Outros autores pesquisaram a alteração da própria fase orgânica das resinas compostas, modificando o tipo de matriz, com objetivo de contornar a contração de polimerização (THOMPSON *et al.*, 1979; STANSBURY, 1992; BYERLEY *et al.*, 1992; EICK *et al.*, 1993; BRAGA & FERRACANE, 2004; WEINMANN *et al.*, 2005). Segundo Moszner & Salz (2001), a seleção de monômeros mais resistentes influencia a reatividade, a viscosidade e a contração de polimerização de um compósito, melhorando as suas propriedades mecânicas, além de diminuir a deterioração por fluidos e a sua expansão higroscópica.

Glenn (1979) afirmou que Bowen, no final da década de setenta, já realizava algumas modificações na molécula de Bis-GMA por ele formulada. Como resultado destas pesquisas acabou substituindo o grupo epóxido na parte central da molécula de Bis-GMA por um poliuretano, formulando-se o UEDMA (uretano etileno dimetacrilato). Segundo Peutzfeldt (1997), esse tipo de matriz possui menor viscosidade, reduz a absorção de água e consequente degradação hidrolítica, além de uma maior flexibilidade da ligação uretano, o que pode melhorar a sua resistência. Esta autora afirma ainda que os compósitos que apresentam UDMA em sua composição possam apresentar maior grau de conversão do que os que contem Bis-GMA, muito embora outros aspectos como o tipo e a quantidade de carga, o sistema fotoiniciador e a qualidade de silanização das partículas constituintes sejam também

determinantes nas propriedades mecânicas finais. O grande inconveniente do UDMA está relacionado à sua foto-oxidação que, com o passar do tempo, provoca o escurecimento das restaurações.

Thompson *et al.* (1979) desenvolveram os primeiros monômeros que sofriam expansão para os compósitos dentais, denominados de espiroortocarbonatos (SOC). Esta expansão acontecia devido à sua polimerização por abertura de anéis. Verificou-se que estes monômeros poderiam servir como co-polímeros para os compósitos à base de metacrilato e, juntamente com o Bis-GMA, diminuir a contração de polimerização sem alterar consideravelmente as propriedades mecânicas. Neste sentido, pesquisadores adicionaram os espiroortocarbonatos aos dimetacrilatos com polimerização por radicais livres (STANSBURY, 1992) e às resinas epóxicas com polimerização do tipo catiônica (BYERLEY *et al.*, 1992; EICK *et al.*, 1993).

Mais tarde, Wei *et al.* (1997) e Kunzelmann *et al.* (1998) propuseram a incorporação de sílica dentro dos monômeros que constituem a parte orgânica, compondo uma molécula de acrilato tetrafuncional denominada “*Polyglass*”. Trata-se de um silicato modificado organicamente, que devido a esta característica ficou também conhecido como ORMOCER. Estas moléculas contribuem para a diminuição da contração de polimerização por serem maiores que as de Bis-GMA. Outra vantagem é o seu alto grau de conversão o que melhora as suas propriedades mecânicas e a sua biocompatibilidade.

As resinas epóxicas cicloalifáticas (oxiranos) também foram pesquisadas e sugeridas para utilização em compósitos dentais, apresentando alta resistência à flexão bi-axial (PALIN *et al.*, 2003), pouca influência do oxigênio na sua polimerização, além de uma contração de polimerização próxima à metade das resinas compostas de Bis-GMA (TILBROOK, 2000 *apud* BRAGA & FERRACANE, 2004). Todavia, algumas desvantagens são relacionadas aos oxiranos como biocompatibilidade questionada e relativa absorção de fluidos (SCHWEIKL *et al.*, 2004; EICK *et al.*, 2006).

## 2.2 Compósito à base de silorano

Mais recentemente, em 2005, foi desenvolvido um monômero que une as boas propriedades dos oxiranos e dos siloxanos, denominado de silorano. Este monômero integra o compósito Filtek™ P90/3M-ESPE. Seu mecanismo de polimerização, no qual cátions ácidos

estimulam a abertura de anéis oxiranos, favorece a obtenção de valores reduzidos de contração de polimerização. Diversos estudos avaliaram os resultados de contração de polimerização e tensão de polimerização para este novo material, bem como a sua relação com as propriedades mecânicas (WEINMANN *et al.*, 2005; EICK *et al.*, 2007; ILIE & HICKEL, 2009; DUARTE JR *et al.*, 2009; LIE & VANDEWALLE, 2010; PORTELA *et al.*, 2010).

Weinmann *et al.* (2005) compararam as propriedades: contração de polimerização, tensão de polimerização, resistência à flexão, resistência à compressão, módulo de elasticidade e estabilidade à luz ambiente de um compósito experimental à base de silorano<sup>1</sup> às mesmas propriedades de quatro compósitos à base de metacrilato (Filtek Z250<sup>2</sup>, Filtek P60<sup>2</sup>, Tetric Ceram<sup>3</sup>, TPH Spectrum<sup>4</sup>, Aelite LS<sup>5</sup>, Quixfil<sup>4</sup> e Solitaire 2<sup>6</sup>). A contração de polimerização foi avaliada pelo método de Arquimedes e pelo método do disco aderido, sendo que, para ambos os testes, os valores encontrados foram inferiores a 1% para a resina à base de silorano. A resistência à flexão, a resistência à compressão e o módulo de elasticidade foram avaliadas de acordo com a ISO 4049:2000. Os resultados encontrados mostraram que o compósito experimental à base de silorano apresentou os mais baixos valores de contração de polimerização, maior estabilidade à luz ambiente (> 10 minutos) e parâmetros mecânicos, como a resistência à flexão e o módulo de elasticidade, similares às resinas à base de metacrilato pesquisadas.

Eick *et al.* (2007) avaliaram algumas propriedades de um compósito experimental à base de silorano (SIL-MIX<sup>1</sup>), além de compósitos contendo diferentes concentrações de monômeros redutores de tensão (TOSU<sup>7</sup>) e fotoiniciadores catiônicos. O sistema Bis-GMA/TEGDMA de matriz orgânica e o compósito Filtek Z250<sup>1</sup> foram utilizados como “padrão ouro”. Neste sentido quatro grupos de resina foram testados: 1. SIL-MIX, 2. Metacrilato padrão, 3. SIL-MIX/TOSU (10% por peso) e 4. SIL-MIX/TOSU (20% por peso). A contração de polimerização dos grupos foi determinada utilizando um dilatômetro de mercúrio NIST, já a tensão de polimerização foi medida através de uma máquina de ensaio mecânico Enduratec. Foram medidos ainda, o módulo de elasticidade, a resistência à fadiga e a resistência à fratura. Os dados foram submetidos à ANOVA e posteriormente ao teste

---

<sup>1</sup> 3M-ESPE Dental Products, Seefeld, Alemanha;

<sup>2</sup> 3M-ESPE Dental Products, St. Paul MN, USA;

<sup>3</sup> Ivoclar-Vivadent, Vaduz, Liechtenstein;

<sup>4</sup> Dentsply Detrey, Konstanz, Alemanha;

<sup>5</sup> Bisco Inc., Schaumburg IL, USA;

<sup>6</sup> Heareus-Kulzer, Hanau, Alemanha;

<sup>7</sup> Midwest Research Institute, Kansas, USA

Student-Newman-Keuls ( $\alpha=0,05$ ). A resina experimental à base de silorano (SIL-MIX), bem como a sua união com o redutor de tensão (SIL-MIX/TOSU), apresentaram menores valores de contração de polimerização que as formulações utilizadas como “padrão ouro”, todavia não diferenciaram estatisticamente entre si. Os autores concluíram que a habilidade do TOSU em reduzir as tensões de polimerização sem uma proporcional diminuição das suas propriedades mecânicas fornece uma base para o aperfeiçoamento dos compósitos à base de silorano.

Ilie & Hickel (2009) estudaram as propriedades mecânicas de setenta e dois materiais resinosos, incluindo as resinas híbridas, as nanohíbridas, as de micropartículas, as de alta viscosidade, os compósitos à base de ORMOCER, as resinas de baixa viscosidade, os compômeros e os compômeros de baixa viscosidade. As propriedades: resistência à flexão, resistência à compressão, módulo de elasticidade e resistência à tração diametral foram avaliadas após os espécimes ( $n=8$ , para cada material testado) terem sido armazenados em água por 24 horas a  $37^{\circ}\text{C}$ . Os dados foram submetidos ao testes ANOVA e posteriormente ao teste de Tukey ( $\alpha=0.05$ ), apresentando uma considerável variação nas propriedades mecânicas estudadas para uma mesma categoria de material. Não foram verificadas diferenças significativas para os compósitos híbridos, nanohíbridos, para as resinas de alta viscosidade e para os compósitos à base de ORMOCER, os quais apresentaram altos valores de resistência à flexão. Os piores resultados encontrados para as propriedades mecânicas estudadas foram para os compósitos de micropartículas. Para os compósitos nanohíbridos verificou-se uma boa resistência à flexão, excelente medida de tração diametral e um baixo módulo de elasticidade. Observou-se ainda que o volume das partículas inorgânicas apresentou uma alta correlação com algumas propriedades mensuradas, proporcionando valores máximos de resistência à flexão e módulo de elasticidade nos níveis de 60% (peso/volume). Neste estudo a resina experimental Hermes<sup>8</sup> foi classificada como um compósito híbrido.

Duarte jr *et al.* (2009), em uma revisão de literatura, estudaram algumas propriedades dos compósitos à base de silorano como: estabilidade de cor, características de polimerização, polimento e adesão, com enfoque na sua aplicação clínica. Os autores concluíram que, em uma avaliação inicial, estas propriedades estudadas se mostraram satisfatórias.

Lie & Vandewalle (2010) compararam as propriedades mecânicas de um novo compósito à base de silorano (Filtek Low Shrinkage)<sup>9</sup> com cinco compósitos à base de

---

<sup>8</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha;

<sup>9</sup> 3M-ESPE Dental Products, St. Paul MN, USA;

metacrilato (Beautifil-II<sup>10</sup>, Dyract Extra<sup>11</sup>, Esthet-x<sup>11</sup>, Filtek Supreme<sup>12</sup> e Filtek Z250<sup>12</sup>). As seguintes propriedades foram avaliadas para cada material: resistência à compressão, resistência à tração diametral, resistência à flexão, módulo de elasticidade, resistência à fratura, microdureza e contração de polimerização. Dez espécimes de cada material para cada fator em estudo foram confeccionados (n=10). Os desvios-padrão e as médias foram determinados para cada grupo. Os dados foram submetidos à análise de variância e posteriormente, seguido os pressupostos, aos testes de Tukey ( $\alpha=0.05$ ). Para cada propriedade foram encontradas diferenças significativas ( $p<0.001$ ). Os autores verificaram que o compósito à base de silorano apresentou uma baixa contração de polimerização e um comportamento mecânico variado. Quando comparado aos compósitos à base de metacrilato, este material apresentou resistência à flexão, módulo de elasticidade e resistência à fratura relativamente altas, porém resistência à compressão e microdureza relativamente baixas.

Portela *et al.* (2010) determinaram e compararam a contração de polimerização e a profundidade de cura de uma resina à base de silorano (Filtek Silorano<sup>12</sup>) com uma resina à base de metacrilato (Filtek P60<sup>12</sup>). Os corpos de prova foram fotoativados durante 20 segundos por dois tipos de aparelhos, um “LED” (Elipar FreeLight 2<sup>12</sup>) com densidade de potência superior a 1000 mW/cm<sup>2</sup> ou um “QHT” (Coltolux<sup>®</sup>75<sup>13</sup>) apresentando densidade de potência de 800 mW.cm<sup>-2</sup>. A contração de polimerização foi mensurada pelo método de Arquimedes, verificando-se cinco unidades amostrais (n=5) para cada grupo e para a profundidade de cura procedeu-se a medição micrométrica das amostras, segundo as normas da ISO 4049:2000, apresentando três unidades amostrais (n=3) para cada grupo em estudo. Após a avaliação estatística dos dados, os autores verificaram que o compósito à base de silorano (Filtek Silorano<sup>12</sup>) apresentou valores de contração de polimerização [1,14% (QTH) e 1,18% (LED)] inferiores aos valores encontrados para a resina à base de metacrilato (Filtek P60<sup>12</sup>) [2,33% (QTH) e 2,42% (LED)]. Para o fator em estudo profundidade de polimerização, o compósito à base de silorano também apresentou valores inferiores [1,74 mm (QTH) e 1,99 mm (LED)] quando comparados aos valores encontrados para o compósito Filtek P60<sup>12</sup> [2,45 (QTH) e 2,85 (LED)]. Os autores concluíram que as propriedades de contração e profundidade de polimerização são variáveis dependentes do tipo de matriz orgânica; do tipo, tamanho e conteúdo de carga e da fonte de luz utilizada.

---

<sup>10</sup> Shofu, San Marcos, CA;

<sup>11</sup> Dentsply, York, PA.

<sup>12</sup> 3M-ESPE, St. Paul MN, Estados Unidos;

<sup>13</sup> Coltene/Whaledent Inc., Alemanha;

As tensões sofridas durante a contração de polimerização para este novo material foram estudadas por Ernst *et al.* (2004) que analisaram a tensão de polimerização em alguns compósitos já consolidados (Tetric Ceram<sup>14</sup>; EsthetX<sup>15</sup> e Surefil<sup>15</sup>; Clearfil AP-X<sup>16</sup> e Clearfil Photo Posterior<sup>16</sup>; Prodigy Condensable<sup>17</sup>; Filtek P60<sup>18</sup>; Solitaire 2<sup>19</sup>), além de seis compósitos experimentais (InTen-S<sup>14</sup>; K 112<sup>15</sup>, K 051<sup>15</sup>; Compox<sup>20</sup>, Pluto<sup>18</sup>, Hermes<sup>20</sup>) através de uma investigação fotoelástica. Cavidades cilíndricas de 5 mm de diâmetro foram preparadas em discos de resina epóxicida Araldite B e tratadas com o sistema Rocatec para assegurar a união das resinas à matriz. As resinas foram inseridas no disco de Araldite B e posteriormente polimerizadas por 60 segundos (Elipar Trilight<sup>18</sup>; Dp: 800mW/cm<sup>2</sup>), totalizando dez espécimes para cada resina (n=10). Os dados de tensão de polimerização foram obtidos 4 minutos e 24 horas após a fotoativação, baseados nos diâmetros das curvas isocromáticas de primeira ordem, obtidas a partir dos discos de Araldite B. Após 24 horas foram verificados os seguintes valores: 4.4±0.1 MPa (Tetric Ceram), 4.6±0.1 MPa (EsthetX), 3.7±0.1 MPa (Z 250), 4.6±0.1 MPa (Clearfil AP-X), 4.1±0.1 MPa (Prodigy Condensable), 4.0 ±0.1 MPa (Filtek P60), 4.5±0.1 MPa (Surefil), 4,5±0.1 MPa (Clearfil Photo Posterior), 5.4±0.04 MPa (Solitaire 2), 3.2±0.1 MPa (InTen-S), 3.9±0.1 MPa (K 112), 3.1±0.04 MPa (K 051), 3.2±0.1 MPa (Compox) e 2.0±0.1 MPa (Hermes). O novo compósito In Ten-S bem como as resinas experimentais Hermes, K 051 e Compox apresentaram uma significativa diminuição na tensão de polimerização quando comparada aos outros materiais testados.

Palin *et al.* (2005) verificaram que o desenvolvimento de resinas de baixa contração pode oferecer uma potencial redução na tensão de polimerização gerada na interface dente/restauração. Neste estudo, foram avaliados, *in vitro*, a deflexão das cúspides e a microinfiltração em cavidades MOD preparadas em pré-molares (n=10) e posteriormente restauradas com uma resina experimental à base de oxirano (EXL596)<sup>18</sup>, uma resina experimental à base de silorano (H<sub>1</sub>)<sup>18</sup> e duas resinas à base de metacrilato (Z100<sup>18</sup> e Filtek Z250<sup>18</sup>). A deflexão das cúspides bucal e palatinas foi registrada por 0.1 h após a ativação utilizando eletrodos de deflexão de Gauge. Cada dente foi submetido ao regime de termociclagem e posteriormente submerso durante 24 horas em fucsina 0.2%. O grau de conversão foi avaliado pela espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier,

<sup>14</sup> Vivadent, Schaan, Liechtenstein;

<sup>15</sup> Dentsply Detrey, Konstanz, Alemanha;

<sup>16</sup> Kuraray Co. Ltd, Osaka, Japão;

<sup>17</sup> SDS-Kerr Corporation, Orange CA, Estados Unidos;

<sup>18</sup> 3M-ESPE, St. Paul MN, Estados Unidos;

<sup>19</sup> Heareus-Kulzer, Hanau, Alemanha;

<sup>20</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha;

(FTIR) respeitando os tempos de 0,1, 0,5, 1, 4, 24 e 48 horas após fotoativação. Para este estudo, a resina à base de oxirano (EXL956<sup>21</sup>) apresentou 2.5±0.9 µm de deflexão cuspídea, a resina à base de silorano (H<sub>1</sub>)<sup>21</sup>: 6.0±1.8µm, a resina Filtek Z250<sup>21</sup>: 16.5±3.3 µm e a resina Z100: 20.0±4.7 µm. As cavidades restauradas com EXL956<sup>21</sup> apresentaram uma maior microinfiltração que os outros compósitos. A resina (H<sub>1</sub>)<sup>21</sup> apresentou uma taxa de microinfiltração inferior à resina Filtek Z250. O grau de conversão para as resinas EXL956 e H<sub>1</sub> foi significativamente inferior ao das resinas a base de metacrilato nos períodos de 0,1, 0,5 e 1 h. Os autores concluíram que o mecanismo de polimerização (abertura de anéis), para as resinas experimentais EXL956 e H<sub>1</sub>, poderia ter contribuído para a diminuição da deflexão das cúspides, sugerindo um decréscimo na magnitude da tensão de polimerização. Já o inadequado selamento marginal para as cavidades restauradas com EXL956 poderia impedir a sua utilização nas restaurações dentárias. A correlação entre a baixa deflexão das cúspides e a diminuição da microinfiltração para a resina experimental H<sub>1</sub> sugere que este material apresentou uma boa integridade marginal.

Ilie *et al.* (2006) determinaram a contração de polimerização de uma formulação experimental a base de silorano (HERMES<sup>22</sup>, cor A<sub>3</sub>, lote A-254), além do ponto “gel” e o coeficiente de alteração linear /tempo. A tensão de polimerização foi mensurada durante a fotoativação e os outros fatores medidos após a polimerização sob dez diferentes regimes de cura. O estudo concluiu que altas intensidades de luz podem gerar elevada tensão de polimerização, com limite aconselhável de até 1200 mW/cm<sup>2</sup> e os incrementos deveriam ser de até 2 mm.

Van Ende *et al.*(2009) investigaram o efeito do fator de configuração cavitária (fator C) e dos diferentes protocolos de inserção na resistência adesiva entre dois compósitos e a dentina. Um compósito de baixa contração à base de silorano Filtek Silorane<sup>22</sup> (FS) e outro à base de metacrilato Filtek Z100<sup>21</sup> foram inseridos individualmente em uma cavidade classe I oclusal padronizada (4mm x 4mm x 2.5mm) e em um plano de dentina coronal, usando um adesivo autocondicionante de dois passos. Oito grupos (n=5) foram formados seguindo cada protocolo de tratamento: 1. Z100/plano dentina, 2. Z100/cavidade padronizada, 3. FS/ plano de dentina, 4. FS/plano de dentina- 1 incremento, 5.FS/ cavidade padronizada- 1 incremento, 6. FS/ cavidade padronizada-inserção por camadas, 7. FS/ cavidade padronizada-resina experimental “*flow*” à base de silorano polimerizada, 8. FS/ cavidade padronizada-resina

---

<sup>21</sup> 3M-ESPE, St. Paul MN, Estados Unidos;

<sup>22</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha;

experimental “*flow*” à base de silorano não polimerizada. Todos os grupos foram submetidos a testes de resistência adesiva por microtração apresentando baixa resistência de união, entretanto estes valores só foram significativos estatisticamente para os grupos 5 e 8, não havendo diferença estatística entre os grupos 1 e 3. Os autores verificaram que além da contração de polimerização e da tensão de polimerização, outros fatores podem influenciar na resistência de união por microtração e que para as diferentes técnicas de inserção dos compósitos odontológicos avaliados uma adequada polimerização foi mais importante que o fator “C” investigado para este estudo.

A realização de estudos que medem o grau de deterioração dos compósitos à base de silorano, quando submetidos a agentes deletérios, associados à compreensão de suas propriedades físico-químicas e mecânicas pode ajudar a antever o grau de longevidade destes materiais (PALIN *et al.*, 2005; EICK *et al.*, 2006; YESILYURT *et al.*, 2009; KOPPERUD *et al.*, 2010; HAHNEL *et al.*, 2010).

Palin *et al.* (2005) investigaram a influência da capacidade de absorção dos fluidos e da taxa de degradação de materiais poliméricos nas propriedades mecânicas de algumas matrizes à base de metacrilato e de silorano. Para tal, foram utilizados dois compósitos à base de metacrilato (Z100<sup>23</sup> e Filtek 250<sup>23</sup>), um compósito experimental à base de oxirano (OXI)<sup>23</sup> e um compósito experimental à base de silorano (SIL)<sup>23</sup>. A solubilidade e a absorção de água, além do coeficiente de difusão de cada material (n=5) foram medidos utilizando a análise gravimétrica em períodos curtos (1, 4, 24 e 48 horas) e médios (1, 4, 12 e 26 semanas) de imersão. Nestes mesmos períodos avaliou-se também, a resistência à flexão bi-axial, o módulo de Weibull e a análise fractográfica por microscopia eletrônica de varredura (MEV) para cada material. Os autores verificaram que para um maior tempo de imersão (26 semanas), houve um aumento considerável na absorção de fluidos, no aumento da soltura de partículas inorgânicas e na solubilidade à água para compósito à base de oxirano (OXI), o que culminou na diminuição de sua resistência à flexão bi-axial além de prejudicar o sinergismo entre matriz orgânica e partículas inorgânicas. O compósito à base de silorano (SIL) apresentou uma menor absorção de água, baixa solubilidade e coeficiente de difusão, evidenciados por uma insignificante redução em sua resistência à flexão bi-axial ao longo dos períodos de imersão estudados.

Eick *et al.* (2006) verificaram a mudança química dos anéis oxiranos em ambientes fluidos, utilizando dois compósitos experimentais de dioxirano (BADGE<sup>23</sup> e

---

<sup>23</sup> 3M-ESPE, St. Paul MN, Estados Unidos.



ECHM-ECHC<sup>24</sup>) e três compósitos experimentais à base de silorano (SIL-MIX<sup>24</sup>, PH-SIL<sup>24</sup> e TET-SIL<sup>24</sup>). A ressonância magnética nuclear (RMN) foi utilizada para verificar a extensão da deterioração dos compósitos, além de fornecer informações químicas sobre os produtos das reações. Para o período de 24hs os compósitos experimentais à base de silorano foram mais estáveis em todos os ambientes fluidos testados. Em contrapartida, o ECHM-ECHC<sup>24</sup> reagiu sob pH:1,4 formando espécies contendo oxiranos, ésteres, grupos hidroxila e ácidos carboxílicos. Os autores concluíram que a estabilidade e insolubilidade dos compósitos experimentais à base de silorano (siloxano e oxirano), em fluidos biológicos simulados, os tornam mais resistentes às variações dos ambientes bucais que os polímeros que apresentam somente os oxiranos em sua composição.

Yesilyurt *et al.* (2009) investigaram o efeito de líquidos simuladores da dieta (FSL) na microdureza Knoop e na resistência à flexão de um compósito odontológico à base de silorano (Filtek Silorano<sup>25</sup>), comparando-o com outros compósitos à base de metacrilato (Filtek P60<sup>25</sup>, Filtek Z250<sup>25</sup> e Filtek Supreme XT<sup>25</sup>). Os corpos de prova foram preparados em um molde e após fotoativados foram imersos por uma semana sob uma temperatura de 37°C em: água destilada, 0,02N de ácido cítrico, heptano ou solução aquosa de etanol a 75%. Após este período, as medidas de microdureza Knoop e a resistência à flexão foram realizadas. Os dados foram submetidos à análise de variância (ANOVA) ao nível de significância de ( $\alpha=0,05$ ). Para o compósito à base de silorano (Filtek Silorano<sup>25</sup>), a microdureza Knoop e a resistência à flexão não foram influenciadas pelos líquidos simuladores da dieta ( $p>0,05$ ), já os compósitos à base de metacrilato sofreram uma diminuição na microdureza Knoop quando imersos em água e etanol ( $p<0,05$ ), além de apresentar diminuição na resistência à flexão quando imersos em etanol.

Kopperud *et al.* (2010) pesquisaram as substâncias liberadas pelo compósito à base de silorano (Filtek Silorano)<sup>26</sup> quando imersas em água e etanol. Corpos de prova com 2mm de espessura e 5mm de diâmetro foram confeccionados a partir de uma matriz metálica e, após polimerizados por 40 segundos, foram imersos em água destilada ou solução aquosa de etanol a 75%. As soluções foram analisadas após 1, 4, 24 e 72 horas de imersão utilizando espectrometria de massa e cromatografia líquida. Nenhuma substância foi encontrada após os períodos de armazenamento em água estudados. No entanto, para as imersões em solução

---

<sup>24</sup> 3M-ESPE, St. Paul MN, Estados Unidos.

<sup>25</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha;

<sup>26</sup> 3M-ESPE, Munich, Alemanha.

aquosa de etanol a 75% foram verificadas a presença de monômeros de silorano e componentes fotoiniciadores (sais de iodônio).

Hahnel *et al.* (2010) realizaram um estudo *in vitro* com objetivo de investigar a degradação de compósitos dentais correlacionando-a com a rugosidade de superfície (RS), a dureza Vickers (DV) e a resistência à flexão (RF), além de estudar o impacto do envelhecimento artificial sobre estes parâmetros. Os espécimes foram preparados a partir de cinco compósitos dentais (Filtek Supreme XT<sup>27</sup>, Filtek Silorano<sup>27</sup>, CeramX<sup>28</sup>, Quixfil<sup>28</sup> e um compósito experimental à base de ORMOCER<sup>29</sup>) e posteriormente submetidos a três protocolos de envelhecimento (água destilada, etanol e saliva artificial). As propriedades mecânicas estudadas (RS, DV e RF) foram mensuradas no “baseline” e após 1, 90 e 365 dias após a imersão. As médias e desvios padrão foram calculados e analisados estatisticamente. Os resultados apresentaram uma influência significativa do tipo de compósito e do período de envelhecimento nas propriedades mecânicas avaliadas. O meio de envelhecimento não apresentou influência significativa na DV e na RF, todavia apresentou uma significativa influencia na RS. Os maiores valores de DV foram encontrados para o compósito experimental à base de ORMOCER. O compósito Filtek Silorano apresentou os menores valores de DV e os maiores valores de RF. O estudo verificou ainda que prolongados períodos de envelhecimento podem levar à diminuição da DV e RF, além de aumento na RS.

Além dos valores reduzidos de contração e tensão de polimerização, a matriz de silorano apresenta uma diminuição na microinfiltração marginal. Yamazaki *et al.* (2006), compararam os valores de microinfiltração para três tipos diferentes de resina (Hermes<sup>27</sup>, Filtek Supreme<sup>27</sup> e Tetric Ceram<sup>30</sup>) através da técnica de penetração de corante. Utilizou-se 60 molares humanos onde foram realizados preparos classe I padronizados. Posteriormente, os dentes foram aleatorizados e divididos em três grupos de acordo com o material a ser restaurado. Utilizou-se a técnica de incrementos por camadas e a técnica de incremento único. Metade dos espécimes de cada grupo foi submetida a 200.000 ciclos sob carga de 50 N, enquanto a outra metade foi armazenada em água destilada a 37°C. Todos os espécimes foram inseridos em azul de metileno a 1% por 24 horas. As margens foram avaliadas utilizando um estereomicroscópio de 40x de aumento. Os dados encontrados foram submetidos a análise não paramétrica de Kruskal-Whallis e o teste de Mann-Whitney

---

<sup>27</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha;

<sup>28</sup> Dentsply Detrey, Konstanz, Alemanha;

<sup>29</sup> Voco GmbH, Cuxhaven, Alemanha;

<sup>30</sup> Vivadent, Schaan, Liechtenstein.

( $p < 0.05$ ). Todos os sistemas restauradores pesquisados apresentaram microinfiltração, relacionando-se à técnica de inserção e ao ciclo de carga. A técnica de inserção por incrementos obteve menores valores de microinfiltração se comparada à técnica de incremento único para todos os materiais restauradores. Verificou-se que a resina experimental HERMES<sup>31</sup> à base de silorano, juntamente com seu sistema adesivo, pode ser uma boa alternativa na prática clínica, uma vez que apresentou um excelente comportamento quando submetidas às cargas cíclicas.

Outra propriedade importante deste material é a sua biocompatibilidade que foi avaliada por alguns autores (SCHWEIKL *et al.*, 2002/2004; BRACKETT *et al.*, 2006; EICK *et al.*, 2006; KOSTORYZ *et al.*, 2007).

Schweikl *et al.* (2004) analisou as propriedades dos oxiranos e dos siloranos em relação à possibilidade de formação de “cromossomos aberrantes” e a indução de genes mutantes. O estudo apresentou baixo potencial mutagênico para os compósitos experimentais à base de silorano (DiMe-Sil<sup>31</sup>, Ph-Sil<sup>31</sup> e TET-Sil<sup>31</sup>), embora para alguns compósitos à base de oxirano houve um forte efeito indutor para os dois parâmetros genéticos estudados.

Segundo Brackett *et al.* (2006) a resposta biológica para os compósitos restauradores poliméricos é mediada pela liberação de monômeros residuais não polimerizados. Os novos compósitos têm apresentado uma diminuição de monômeros residuais por peso, quando submetidos às intensidades e tempos adequados de polimerização. Neste sentido, este estudo avaliou a hipótese de que com a diminuição do número de monômeros residuais haveria uma diminuição da citotoxicidade. Foram testados os compósitos Herculite XRV<sup>32</sup>, Premise<sup>32</sup>, Filtek Supreme<sup>31</sup>, CeramXDuo<sup>33</sup>, Hermes<sup>31</sup> e Quixfil<sup>33</sup>) em contato direto com fibroblastos de camundongos Balb/c 3T3, após terem sido envelhecidos em saliva artificial pelos períodos de 0, 1, 3, 5 e 8 semanas. A toxicidade foi determinada pelo método ensaio MTT para estimar a atividade SDH (succinato hidrogenase). Os compósitos à base de metacrilato (Herculite XRV, Premise, Filtek Supreme) apresentaram uma maior citotoxicidade após 8 semanas que os compósitos CeramXDuo, Hermes e Quixfil. A resina experimental à base de silorano Hermes apresentou a menor citotoxicidade após 8 semanas.

Kostoryz *et al.* (2007) avaliou a citotoxicidade e os danos primários ao DNA induzidos pelos oxiranos e siloranos (siloxanos associados aos oxiranos). Os siloranos (Ph-

---

<sup>31</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha;

<sup>32</sup> KerrHawe AS, Bioggio, CH;

<sup>33</sup> Dentsply Detrey, Konstanz, Alemanha;

Sil, Tet-Sil e Sil-Mix) e os oxiranos (Cyracure™ UVR-6105<sup>34</sup> e OMP-5) foram dissolvidos em solventes orgânicos e as soluções contendo menos de 0,5% em volume de solvente foram utilizadas para a realização dos ensaios biológicos. A concentração que reduziu a viabilidade de 50% (TC50) de células L929 foi medida utilizando o ensaio MTT e norteou a seleção de doses subtóxicas para avaliação dos danos primários ao DNA. O Ph-Sil apresentou a maior citotoxicidade quando comparado aos outros materiais testados, muito embora o Tet-Sil não pôde ser mensurado devido à sua baixa solubilidade. Os danos primários ao DNA foram avaliados pelo método *Sister Chromatid Exchange* (SCE), com células CHO, e pelo método *Comet Alkaline*, com células L929. Ao contrário dos siloranos, os oxiranos apresentaram significativo aumento na frequência de SCE e migração de DNA quando comparado aos solventes controle. Os resultados encontrados reforçam os estudos prévios nos quais os compósitos experimentais à base de silorano apresentam baixo potencial genotóxico e podem ser utilizados para a composição de biomateriais.

### **2.3 Fontes de polimerização e os protocolos de fotoativação para a resina Filtek P90/3M-ESPE**

Atualmente existem quatro grandes tecnologias para fotopolimerização dos compósitos resinosos: a luz QTH (quartzo-tungstênio-halogênio), o LED (luz emitida por diodo), o arco plasma e o laser de argônio (FRANCO & LOPES, 2003).

A luz QTH (quartzo-tungstênio-halogênio) é a fonte de ativação ainda mais utilizada para fotopolimerização de materiais resinosos, por isso é denominada de convencional. Devido ao seu amplo espectro de emissão, que varia entre 400 nm a 500 nm, possui a capacidade de polimerizar a maioria dos materiais restauradores resinosos. Os aparelhos de luz QTH emitem uma luz incandescente, compõe-se de uma lâmpada de filamento de tungstênio (bulbo e refletor), filtro para limitar o espectro de luz na faixa do azul, sistema de refrigeração (ventilação) e fibras óticas para condução de luz. Quando o filamento de tungstênio é submetido a altas temperaturas, ele produz um amplo espectro luminoso que será filtrado e apenas 0,5% da energia total fornecida pelo aparelho será direcionada para produzir luz no comprimento de onda azul. De toda a energia liberada, 6,5% é convertida em

---

<sup>34</sup> Union Carbide Corp., Danbury, CT.

calor (RUEGGEBERG, 1999). A vida útil das lâmpadas deve ser verificada com auxílio de um radiômetro para que seu rendimento seja controlado e não ocorra falha durante a polimerização. Questionamentos em relação à excessiva produção de calor e a sua possível interação negativa com o complexo dentino-pulpar tem sido relatados (HOFMANN *et al.*, 2002; UHL *et al.*, 2003)

Devido a esta liberação excessiva de calor, novas fontes de ativação foram desenvolvidas. Neste sentido, os aparelhos à base de LED (luz emitida por diodo) apresentam uma nova opção para fotopolimerização dos compósitos odontológicos fotoativáveis (BURGESS *et al.*, 2002). São constituídos de um semicondutor de In-Ga-N (Índio/Gálio/Nitrogênio). Diferentemente da luz quartzo-halogênio-tungstênio (QTH), que necessita do aquecimento de filamentos metálicos para produção de luz visível com conseqüente liberação de calor, os LEDs necessitam de uma tensão para vencer a barreira da energia interna, promovendo assim a liberação de luz. O aparelho de LED é constituído de dois semicondutores, um tipo *n* com excesso de elétrons e outro tipo *p* que tem falta de elétrons, entretanto possui uma quantidade considerável de lacunas ou “buracos receptores de elétrons”. Quando uma tensão é aplicada entre estes dois semicondutores, acontece um fluxo de elétrons do semicondutor *n* para o semicondutor *p*, com conseqüente liberação de fótons em uma faixa estreita de comprimento de onda, aproximadamente 460 nm. Este comprimento de onda é bem próximo ao pico de absorção da canforoquinona, que é de 468 nm (FRANCO & LOPES, 2003). Os primeiros aparelhos de LED possuíam uma estrutura relativamente simples: baixa densidade de potência ( $\leq 200$  mW/cm<sup>2</sup>), espectro de emissão mais estreito que as fontes de luz halógena, contudo coincidente com o espectro de absorção da canforoquinona (MILLS *et al.*, 1999). O grande problema destes aparelhos está relacionado ao estreito espectro de onda produzido, dificultando a fotoativação de outros iniciadores diferentes da canforoquinona (LEONARD *et al.*, 2002). A segunda geração de LEDs tem sido amplamente divulgada por sua efetividade em termos de profundidade de polimerização, quando comparado aos aparelhos de luz halógena e arco plasma (NOMOTO *et al.*, 2004). O aumento da densidade de potência destes aparelhos em relação aos de primeira geração, possibilitou uma maior profundidade de polimerização das resinas compostas comerciais (ASMUSSEN & PEUTZFELDT, 2003). Sua potência é comparada aos aparelhos de luz halógena de alta intensidade ( $> 1000$  mW/cm<sup>2</sup>) e por isso alguns aparelhos são dotados de sistema de refrigeração. Os LED de terceira geração emitem luz no comprimento de onda adicional na cor violeta, ampliando a possibilidade de sensibilização de outros fotoiniciadores, já que materiais como a PPD (fenilpropanodiona) podem ser ativados por este tipo de faixa

luminosa. Possuem uma densidade de potência de aproximadamente 1.400 mW/cm<sup>2</sup>. Estudo recente apresentou um bom resultado para estes aparelhos quando comparados com as demais fontes de fotoativação (PRICE *et al.*, 2005).

Outras unidades fotoativadoras de alta potência como o laser argônio e o arco plasma são citadas na literatura e apresentam características favoráveis para um sistema de ativação luminosa, revelando um grau satisfatório de conversão para os compósitos (PRICE *et al.*, 2003). No entanto, apresentam densidades de potência muito elevadas podendo gerar uma conversão mais rápida, e uma tensão de polimerização mais acentuada (ILIE *et al.*, 2007).

Com relação ao protocolo de fotoativação do compósito Filtek P90<sup>35</sup>, o fabricante recomenda para as unidades fotoativadoras de quartzo-halogênio-tungstênio (QTH) apresentando espectro de emissão entre 400-500 nm e uma densidade de potencia entre 500-1400 mW/cm<sup>2</sup>, por um período de 40 segundos no modo padrão. Para os dispositivos de luz LED que apresentam um espectro de emissão de 430-480 nm a densidade de potência deve ser de 500 a 1000 mW/cm<sup>2</sup> por um período de 40 segundos, e de 1000 a 1500 mW/cm<sup>2</sup>, por um período de 20 segundos.

## 2.4 Profundidade de polimerização, microdureza, grau de conversão e a sua correlação

A profundidade de polimerização pode ser medida de através da avaliação de propriedades mecânicas, como a resistência à flexão e a microdureza (NEVES *et al.*, 2002) ou através da mensuração do grau de conversão, utilizando a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR), a espectroscopia RAMAN (IMAZATO *et al.*, 2001), a análise térmica (calorimetria exploratória diferencial-DSC) (ANTONUCCI & TOTH, 1983; MCCABE, 1985; IMAZATO *et al.*, 2001; MENDES *et al.*, 2005), a ressonância paramagnética-EPR (SUSTERCIC *et al.*, 1997) e a ressonância magnética nuclear-NMR (MORGAN *et al.*, 2000).

Segundo Moraes *et al.* (2008), a espectroscopia no infravermelho é uma importante ferramenta utilizada para mensuração do grau de conversão das resinas à base de metacrilato, muito embora, para as resinas à base de silorano, a utilização dessa espectroscopia, ainda seja muito incipiente, visto que, poucos estudos avaliaram o grau de

---

<sup>35</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha.

conversão para estes materiais (PALIN *et al.*, 2005; ILIE & HICKEL, 2006; PAPADOGIANNIS *et al.*, 2009)

Papadogiannis *et al.*(2009) com objetivo de avaliar as características de alguns compósitos de baixa contração, observaram por meio da espectroscopia no infravermelho que o compósito Filtek Silorano apresentou altos valores de conversão (67,54%-topo/ 55,28%-base) quando comparado aos compósitos à base de metacrilato utilizados no estudo.

Mendes *et al.* (2005) verificaram a real composição de um compósito, e ainda, avaliaram por meio da espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) o grau de conversão, concluindo que o aumento da profundidade influencia negativamente o grau de conversão dos mesmos. Estes atribuem a diminuição de cura deste material resinoso à viscosidade do monômero, ao tipo de partículas e à grande diferença de refração entre os componentes orgânicos e inorgânicos da resina.

As partículas inorgânicas estão também relacionadas à propriedade mecânica dureza. Vários estudos têm sido realizados com a resina Filtek P90/3M-ESPE verificando esta propriedade. Hahnel *et al.* (2010) estudaram o comportamento de envelhecimento de cinco compósitos relacionando-os a algumas propriedades mecânicas. Os valores de dureza Vickers encontrados foram baixos quando comparados aos outros compósitos testados. Leprince *et al.* (2010) investigando a morfologia das partículas inorgânicas e as propriedades mecânicas de compósitos de baixa contração, encontraram valores intermediários de microdureza Vickers para a resina Filtek Silorane<sup>36</sup>. Marghalani (2010) determinou a dureza para quatro compósitos após períodos de envelhecimento artificial e diferentemente dos outros estudos encontrou valores elevados de dureza Vickers para a resina à base de silorano.

Outros estudos pesquisaram a dureza Knoop por defender que este teste de dureza é o mais indicado para medidas de superfícies frágeis e com boa recuperação elástica como alguns polímeros (YESILYURT *et al.*, 2009; LIE & WANDEWALLE, 2010). Para estes dois trabalhos as medidas de microdureza knoop foram relativamente baixas quando comparada aos compósitos à base de metacrilato.

A correlação entre microdureza Vickers e grau de conversão foi pesquisada por Neves *et al.* (2002), e o efeito do conteúdo das partículas e o tipo de unidades fotoativadoras sobre estes parâmetros. Três resinas compostas (Artglass®, Solidex® e Zeta LC®) foram polimerizadas em três diferentes unidades laboratoriais (UniXS®, Solidilite® e unidade Experimental). Para cada material, quinze corpos-de-prova foram confeccionados em uma

---

<sup>36</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha.

matriz metálica e submetidos às análises do grau de conversão, através de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e da microdureza. O conteúdo de partículas inorgânicas foi determinado por análise termogravimétrica (TGA). O comportamento conjunto das variáveis – grau de conversão e microdureza – foi medido através do coeficiente de correlação de Pearson. Para a resina Artglass®, o grau de conversão variou de 37,5% a 79,2%, com valores de microdureza de 32,4 a 50,3 ( $r = 0,904$ ). Para a resina Solidex®, o grau de conversão variou de 41,2% a 60,4%, com valores de microdureza de 33,3 a 44,1 ( $r = 0,707$ ). Para a resina Zeta LC®, os valores de conversão e microdureza foram, respectivamente, de 62,0% a 78,0% e de 22,6 a 33,6 ( $r = 0,710$ ). Concluiu-se que o uso das diferentes unidades resultou em variações dos valores de conversão em função das características específicas de cada unidade. Para cada material, uma forte correlação entre conversão e microdureza foi observada. Além disso, quando materiais diferentes foram comparados, observou-se que o conteúdo de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de microdureza, não interferindo no grau de conversão.

Um estudo para resina à base de silorano (HERMES) em relação a estas duas características foi realizado por Ilie *et al.* (2006), que estudaram este compósito experimental à base de silorano. Foram avaliados o grau de conversão através da espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e a sua correlação com a dureza Vickers e o módulo de elasticidade. Utilizaram-se dois tipos diferentes de fontes de luz (três aparelhos de LED e um aparelho de luz halógena) e dezesseis modos de ativação de luz. Os tempos de fotoativação variaram conforme cada aparelho, porém, mantiveram-se entre 10 e 48 segundos. Os autores concluíram que após um período de 20 minutos de observação o tempo de exposição à luz foi mais importante que a própria irradiância para as unidades fotopolimerizadas testadas e teve um relevante papel no alto grau de conversão. Para as profundidades de 2 a 6 mm não houve diferença estatística significativa em relação às propriedades mecânicas, sugerindo que após esta profundidade as propriedades se apresentam insatisfatórias. O estudo concluiu ainda que o compósito a base silorano possui propriedades mecânicas similares aos resultados obtidos pelos compósitos a base de metacrilato (Bis-GMA).

Com relação ao grau de conversão das resinas à base de silorano, trabalhos foram conduzidos com diferentes objetivos seguindo uma metodologia variada o que dificulta a comparação dos resultados (PALIN *et al.*, 2004; PAPADOGIANNIS *et al.*, 2009), sendo que apenas um estudo avaliou o grau de conversão, a dureza e a correlação entre os dois testes em diferentes profundidades (ILIE & HICKEL, 2006). Neste sentido, o presente estudo



avaliou a profundidade de polimerização de um compósito à base de silorano Filtek P90/3M-ESPE, por meio da espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) e da microdureza Knoop, sob diferentes unidades fotoativadoras.

## 3 OBJETIVOS

### 3.1 Objetivos gerais:

- Determinar a profundidade de polimerização do compósito à base de silorano Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE sob diferentes unidades fotoativadoras.

### 3.2 Objetivos específicos:

- Caracterizar os componentes do compósito à base de silorano Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE, através de análise térmica diferencial (DTA), espectroscopia RAMAN e espectroscopia de dispersão de energia por de RX (EDX);
- Determinar o espectro de emissão das unidades fotoativadoras, bem como as suas respectivas densidades de potência.
- Determinar o grau de conversão por meio da espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier do compósito à base de silorano Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE, nas profundidades de 2, 3, 4 e 5 mm;
- Determinar a microdureza Knoop do compósito à base de silorano Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE, nas profundidades de 2, 3, 4 e 5 mm;
- Verificar a correlação entre o grau de conversão e a microdureza Knoop do compósito à base de silorano Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE, nas profundidades de 2, 3, 4 e 5 mm.

## 4 MATERIAL E MÉTODOS

### 4.1 Delineamento do experimento

Trata-se de um estudo experimental, *in vitro*, delineado em blocos completos aleatorizados (Blocos: A, B, C, D). Este delineamento permite controlar as fontes desconhecidas de variação, sendo que cada bloco contém uma combinação de cada um dos fatores em estudo (Quadro 1). Os fatores estudados foram os aparelhos fotoativadores em três níveis (Radii-cal<sup>37</sup> - **R**, Bluephase G2<sup>38</sup> - **BP** e Optilux 501<sup>39</sup> - **OP**) e a profundidade de polimerização em quatro níveis (2, 3, 4 e 5 mm). As unidades experimentais foram corpos de prova (n=4) confeccionados em resina composta Filtek P90<sup>TM</sup> (**FP90**)<sup>40</sup> (Quadro 1).

BLOCO A			BLOCO B			BLOCO C			BLOCO D		
1A	1°	2mm/R	1B	1°	2mm/BP	1C	1°	5mm OP	1D	1°	5mm/R
2A	2°	4mm/BP	2B	2°	5mm/BP	2C	2°	3mm/BP	2D	2°	2mm/R
3A	3°	4mm/OP	3B	3°	4mm/R	3C	3°	2mm/OP	3D	3°	2mm/OP
4A	4°	2mm/OP	4B	4°	2mm/R	4C	4°	2mm/R	4D	4°	2mm/OP
5A	5°	3mm/R	5B	5°	3mm/R	5C	5°	4mm/OP	5D	5°	3mm/BP
6A	6°	5mm/OP	6B	6°	4mm/BP	6C	6°	4mm/BP	6D	6°	3mm/OP
7A	7°	5mm/R	7B	7°	4mm/OP	7C	7°	3mm/OP	7D	7°	5mm/BP
8A	8°	4mm/R	8B	8°	5mm/OP	8C	8°	2mm/BP	8D	8°	4mm/BP
9A	9°	3mm/BP	9B	9°	2mm/OP	9C	9°	4mm/R	9D	9°	5mm/R
10A	10°	5mm/BP	10B	10°	5mm/R	10C	10°	5mm/R	10D	10°	4mm/OP
11A	11°	3mm/OP	11B	11°	3mm/OP	11C	11°	3mm/R	11D	11°	4mm/BP
12A	12°	2mm/BP	12B	12°	3mm/BP	12C	12°	5mm/BP	12D	12°	3mm/R

QUADRO 1. Distribuição aleatorizada dos fatores em estudo (profundidade de polimerização e unidades fotoativadoras) em cada bloco (A, B, C e D) totalizando 48 amostras.

As variáveis resposta foram o grau de conversão (mensurado pela espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier-FTIR) e a microdureza Knoop.

<sup>37</sup> Southern Dental Industries (SDI), Victoria, Austrália (n° de série: 4-25376);

<sup>38</sup> Ivoclar-Vivadent AG, Schaan, Liechtenstein (n° de série: 212285);

<sup>39</sup> SDS-Kerr, Middleton, Estados Unidos (n° de série: 58143741)

<sup>40</sup> 3M-ESPE, Seefeld, Alemanha.

## 4.2 Materiais empregados

Para confecção dos corpos de prova, foi utilizada a resina Filtek P90<sup>TM</sup>, na cor A3 (lote: 9NER), apresentando 23% de matriz orgânica à base de silorano, 70-76% em peso e 55% em volume de carga (fluoreto de ítrio e quartzo). O tamanho destas partículas varia entre 0,1 e 2 µm. Apresenta ainda, 0,9% de fotoiniciadores (canforoquinona, sais de iodônio e doadores de elétrons), 0,13% de estabilizadores e 0,005% de pigmentos (Quadro 2).

Ingredientes	No. CAS	%/peso
Quartzo silanizado	100402-89-9	60 – 76%
Trifluoreto de ítrio	13709-49-4	5 – 15%
Bis-3,4-epoxiciclohexiletil-fenil-metilsilano	154265-59-5	5 – 15%
3,4-Epoxiciclohexilciclopolimetilsiloxano	-----	5 – 15%
Mistura de outros subprodutos	Mistura	< 5%
Mistura de subprodutos de epoxy-mono-silanol	Mistura	< 5%
Mistura de subprodutos epóxi funcionais di- e oligosiloxano	Mistura	< 5%
Mistura de subprodutos de alfa substitutos	Mistura	< 5%

QUADRO 2. Ficha de informação sobre produtos químicos (FISPQ), Departamento de Toxicologia da 3M do Brasil LTDA (Março/2009)

## 4.3 Unidades Fotoativadoras

O aparelho Optilux 501/ SDS-Kerr se caracteriza por ser uma fonte de luz QTH (quartzo-tungstênio-halogênio), apresentando espectro de emissão de luz na faixa de 400-505nm e densidade de potencia de saída mínima de 850 mW/cm<sup>2</sup>. Para este estudo, utilizou-se a guia de fibra ótica curva padrão de 11mm de diâmetro. O modo de polimerização foi contínuo utilizando um tempo de 40 segundos de fotoativação.

A unidade fotoativadora Bluephase G2/Ivoclar-Vivadent é uma fonte de luz “LED” (diodo emissor de luz), cuja faixa espectral é de 380-515 nm. Possui dois picos de emissão, um em 410 nm e outro em 460 nm, o que lhe confere a denominação de “polywave”. Apresenta uma densidade de potência máxima de 1200 mw/cm<sup>2</sup>. Para este estudo foi utilizado um condutor de luz cilíndrico de 10 mm de diâmetro e o modo de ativação foi o “High” por 40 segundos. Devido ao seu tempo máximo programado de fotoativação ser de 30 segundos,

imediatamente cessado este período se adicionava mais 10 segundos, totalizando um tempo de 40 segundos.

A unidade fotoativadora Radii-cal/SDI é uma fonte de luz “LED” (diodo emissor de luz), cujo espectro de emissão de luz é de 440-480 nm. Apresenta uma densidade de potência no pico de 460nm equivalente a  $1200 \text{ mW/cm}^2$  e o guia de saída de luz já vem acoplado ao aparelho medindo 12mm de diâmetro. Foi utilizado um tempo cronometrado de 40 segundos, já que este aparelho possui alertas sonoros apenas de 15, 25, 35, 45, 55 e 65 segundos.

#### 4.3.1 Determinação do espectro de emissão e densidade de potência ( $D_p$ ) de cada aparelho

Para determinar o espectro de emissão de luz das unidades fotoativadoras utilizou-se o espectrômetro USB 4000<sup>41</sup> (FIG. 1) com corretor cossenoidal conectado ao computador.



FIGURA 1. Espectrômetro USB 4000

A densidade de potência de cada aparelho foi calculada utilizando a seguinte fórmula:

$$D = P/A$$

*D: Densidade de potência ( $\text{mW/cm}^2$ )*  
*P: Potência (mW)*  
*A: Área ( $\text{cm}^2$ )*

---

<sup>41</sup> Ocean Optics, Dunedin, FL, EUA;

As áreas de cada guia condutor de luz foram medidas utilizando um paquímetro digital 727 - 6/150<sup>42</sup>. Como todas as guias condutoras de luz apresentavam área circunferencial utilizou-se a fórmula para a área da circunferência:

$$A = \pi r^2$$

*A: Área (cm<sup>2</sup>)*  
*π = (3,14)*  
*r: Raio da circunferência (cm)*

O cálculo da potência de cada aparelho foi medido utilizando o potenciômetro Ophir 10A-V2-SH<sup>43</sup> acoplado a um microprocessador NOVA.

Ao final os valores de densidade de potência (mW/cm<sup>2</sup>) e dos espectros emitidos foram transferidos para o programa OriginPro 8.0<sup>44</sup> para obter, por meio de cálculos integrais das áreas, os valores de densidade de potência nas seguintes regiões do espectro:

1. Entre 190-400nm.
2. Entre 400-515nm.
3. Acima de 515nm.

Estas medidas foram realizadas em função da norma ISO/TS: 10650 que estabelece valores de densidade de potência (Dp) recomendáveis para faixas específicas do espectro de emissão das unidades fotoativadoras.

1. Entre 190-400nm: Dp: < 100 mW/cm<sup>2</sup>
2. Entre 400-515nm: Dp: > 300 mW/cm<sup>2</sup> e < 1000 mW/cm<sup>2</sup>
3. Acima de 515nm: Dp: < 50 mW/cm<sup>2</sup>

#### **4.4 Caracterização do compósito Filtek P90™/3M-ESPE por meio da análise térmica diferencial (DTA), espectroscopia RAMAN e espectroscopia por dispersão de energia de RX (EDX)**

As medidas de termogravimetria foram realizadas em um equipamento de análises simultâneas de termogravimetria (TG) e análise térmica diferencial (DTA), modelo SDT

---

<sup>42</sup> Starret, Massachusetts, EUA;

<sup>43</sup> Ophir Optronics, Har – Hotzvim, Jerusalém, Israel;

<sup>44</sup> OriginLab Corp., Northampton, MA, EUA.

2960<sup>45</sup> do laboratório de Química e de Nanoestruturas do CDTN/CNEN (FIG. 2). Três amostras de aproximadamente 30 mg foram analisadas seguindo o protocolo: razão de aquecimento de  $5^{\circ}\text{C}\cdot\text{min}^{-1}$ , de 25 a  $1000^{\circ}\text{C}$  e sob atmosfera de ar seco com fluxo de  $100\text{ mL}\cdot\text{min}^{-1}$ .



FIGURA 2. Equipamento para realização de Análise térmica diferencial (DTA) e termogravimetria (TG) modelo SDT 2960

As medidas de espalhamento Micro-Raman foram realizadas utilizando o equipamento IHR550<sup>46</sup>, do laboratório de Química e de Nanoestruturas do CDTN/CNEN. Este equipamento é composto por um monocromador, um microscópio confocal (Olympus BH-2) e um detector CCD. A fonte utilizada foi um laser de He/Ne ( $632,8\text{ nm}$ ). (FIG. 3)



FIGURA 3. Espectrômetro RAMAN modelo IHR550.

<sup>45</sup> TA Instruments, New Castle, DE, EUA.

<sup>46</sup> HORIBA Jobin Yvon, Kyoto, Japão.

As medidas de EDX foram realizadas no intuito de verificar qualitativamente alguns componentes do compósito FP90. Para tal, foi utilizado um espectrômetro de fluorescência de raios-X seqüencial completamente automático, por dispersão de comprimento de onda, modelo ZSX Primus II<sup>47</sup>, com gerador de raios-X de alta frequência de 4KW e um tubo de raios-X de Rh de 4KW – AFX87L, com janela de 30m. (FIG. 4)



FIGURA 4. Espectrômetro de dispersão de energia por RX modelo ZSX Primus II.

#### 4.5 Confeção dos corpos-de-prova

Foram confeccionados quatro corpos de prova (n=4) para cada fator em estudo (quatro profundidades e três unidades fotoativadoras) a partir de uma matriz proposta por DENIS (2007) com algumas modificações. A matriz de DENIS consiste em uma unidade cilíndrica de teflon, com uma perfuração central também cilíndrica de 5 mm de diâmetro e 4 milímetros de profundidade, sendo seccionada transversalmente a cada milímetro. Esta matriz foi desenvolvida com intuito de avaliar separadamente as profundidades de polimerização da resina fotoativada, sem a necessidade de seccionamento dos corpos de prova. Diferente da matriz de DENIS, a matriz utilizada neste estudo foi confeccionada com nylon. Contem ainda como diferença, um disco específico para posicionar os condutores de luz das unidades fotoativadoras, distando 2 mm da base do primeiro corpo de prova. Optou-se pelo nylon por este material simular as condições de comportamento óptico da estrutura dentária, além de facilitar a remoção dos corpos de prova (FIG. 5)

---

<sup>47</sup> Rigaku Americans Corporation, Japão.



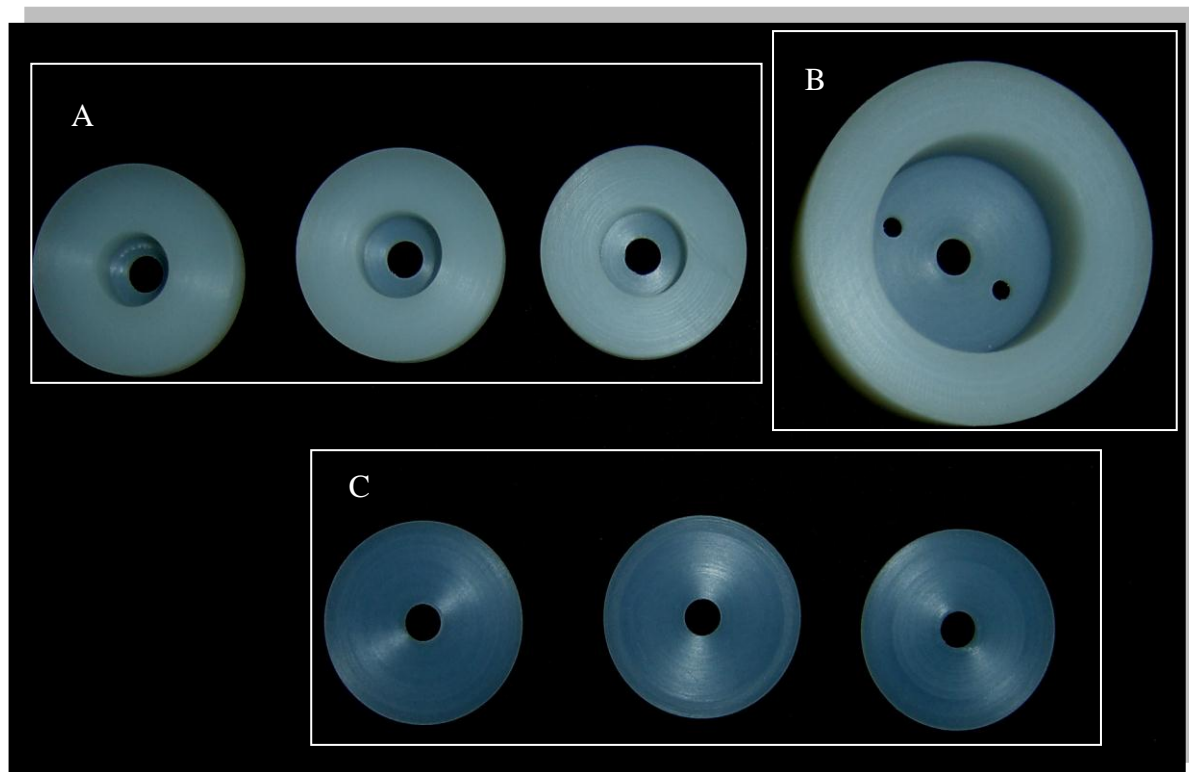


FIGURA 5. Matriz utilizada no estudo apresentando todos os seus componentes. Em (A) anéis especiais para cada unidade fotoativadora, (B) cilindro central e (C) anéis intercambiáveis.

Para confecção dos corpos de prova, o cilindro central foi posicionado em uma placa de vidro, com o seu principal orifício sobre uma lamínula de vidro de 0,1 mm. O primeiro milímetro foi então preenchido pela resina em incremento único. Colocou-se outra lamínula e o conjunto foi submetido a um peso de 1200g por 20 segundos. Cada um dos três anéis intercambiáveis integrantes da matriz foi colocado sobre uma lamínula na placa de vidro, feita a inserção da resina, colocada outra lamínula, levado ao cilindro principal e posteriormente submetidos a um peso de 1200g por 20 segundos. Ao se completar os quatro milímetros, a base e topo dos espécimes ficaram cobertos pelas lamínulas. Os anéis especiais foram posicionados para cada unidade fotoativadora. O tempo de polimerização foi de 40 segundos para cada conjunto contendo quatro incrementos de resina de 1 mm separados pelas lamínulas. (FIG. 6)

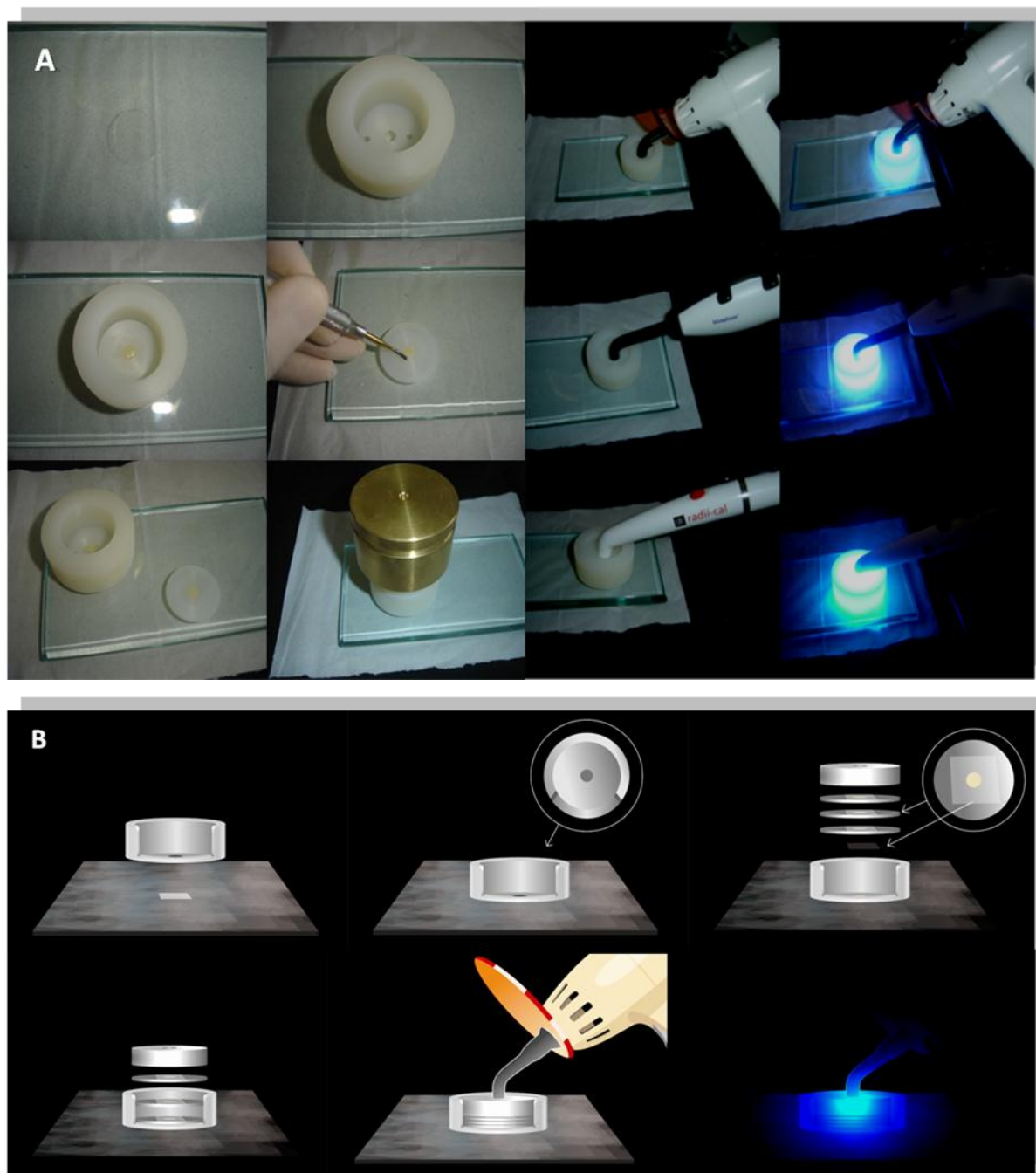


FIGURA 6. A) Confeção dos corpos de prova e B) Representação esquemática da confecção dos corpos de prova

Após fotoativados por 40 segundos, os corpos de prova foram removidos da matriz de nylon, identificados (base e topo) e agrupados segundo a aleatorização prévia. Posteriormente, foram armazenados em estufa a 37<sup>0</sup>c, sob ausência de umidade e luz, por um período de 7 dias.

#### 4.6 Determinação do grau de conversão

As medidas de Micro-ATR-FTIR foram realizadas no Laboratório de Química de Nanoestruturas do CDTN/CNEN. Utilizou-se um microscópio Nicolet Centaurus acoplado ao acessório de Micro-ATR (Ge) e ao espectrômetro de FTIR Thermo Nicolet 6700<sup>48</sup> (FIG. 7). Espectros de Micro-FTIR na região de  $650\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$  foram coletados no modo de absorção com resolução espectral melhor que  $4\text{ cm}^{-1}$ , adquiridos com 256 acumulações, sob purga de nitrogênio seco. O espectrômetro apresentava a seguinte configuração: fonte ever-glow, divisor de feixe de KBr, Ge-coated, e detector de HgCdTe.

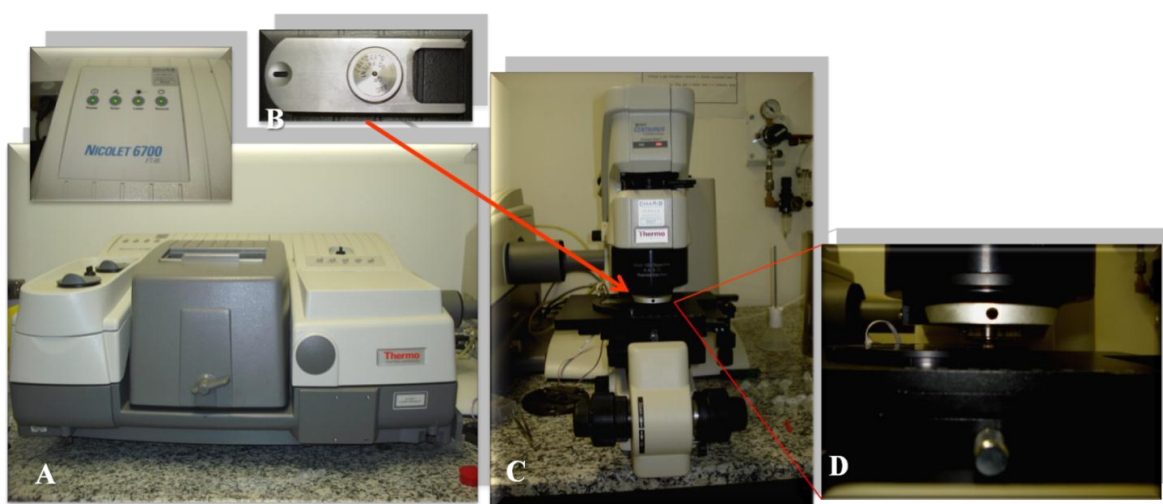


FIGURA 7. A) Espectrômetro de FTIR-Thermo Nicolet (6700) acoplado ao microscópio Nicolet Centaurus (C) e ao acessório de Micro-ATR (Ge) (B). Em (D) visualização do Micro-ATR (Ge) realizando uma medida.

Três espectros distintos foram medidos em todas as bases dos 48 corpos de prova. O primeiro no centro da amostra ( $P_1$ ), o segundo a  $1,25\text{ mm}$  à esquerda do primeiro ( $P_2$ ) e o terceiro a  $1,25\text{ mm}$  à direita do primeiro ( $P_3$ ) (FIG. 8)

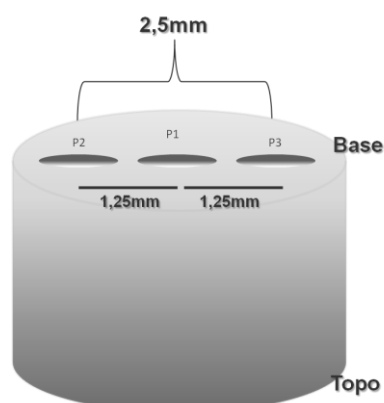


FIGURA 8. Distribuição das medidas de Micro-ATR (Ge) nos corpos de prova.

<sup>48</sup> Thermo Fisher Scientific Inc, EUA;

Espectros da resina não polimerizada foram medidos para servir como base do cálculo do grau de conversão (**DC**). As bandas de absorção utilizadas neste estudo foram: estiramento “C-O-C” no anel oxirano (883cm<sup>-1</sup>) e estiramento “C-H” (2919cm<sup>-1</sup>), estas ultimas como “padrão interno”. O seguinte cálculo foi realizado, para se chegar ao grau de conversão (**GC**):

$$DC = \left\{ \frac{\left[ \left( \frac{A_{C-O-C}}{A_{C-H}} \right)_{NP} - \left( \frac{A_{C-O-C}}{A_{C-H}} \right)_P \right]}{\left( \frac{A_{C-O-C}}{A_{C-H}} \right)_{NP}} \right\} \times 100(\%)$$

A: Altura da banda

P: polimerizada

NP: Não polimerizada

#### 4.7 Determinação da microdureza Knoop

A microdureza Knoop foi determinada em um microdurômetro FM-700<sup>49</sup> acoplado a um sistema de teste de microdureza automático FM-ARS-9000. (FIG. 9)

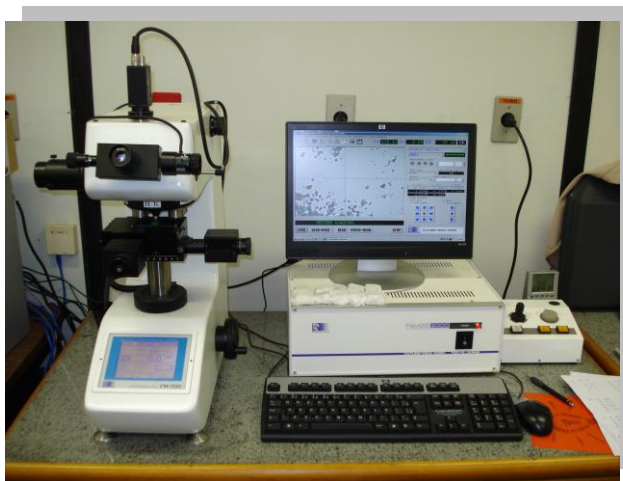


FIGURA 9. Equipamento FM-700 acoplado a um sistema de teste de microdureza automático FM-ARS-9000.

<sup>49</sup> Future-Tech Corporation, Tokyo, Japão

Após sete dias de armazenamento cinco endentações distintas foram realizadas na base dos 48 corpos de prova sob uma carga de 50 g durante 50 segundos. A primeira endentação (P1) foi localizada no centro da amostra. As demais (P2, P3, P4 e P5) distaram 1,25 mm da primeira medida. (FIG. 10)

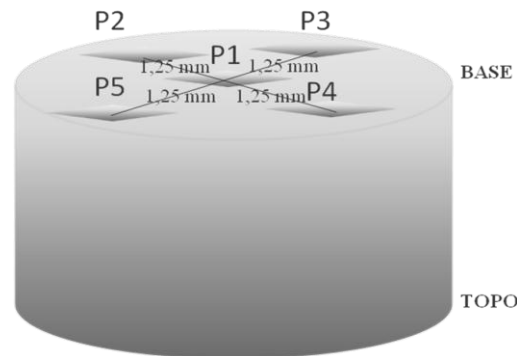


FIGURA 10. Representação esquemática do posicionamento das endentações na base do corpo de prova.

Para o cálculo da microdureza Knoop a seguinte fórmula foi utilizada:

$KHN = \frac{L}{I^2 \cdot CP}$  onde:

$I^2 \cdot CP$

**L:** carga aplicada (50g)

**I:** a maior diagonal de penetração

**CP:** a constante da área projetada (14,229)

É importante ressaltar que o próprio microdurômetro já fornecia os valores de microdureza em KHN (numero de dureza Knoop).

#### 4.8 Análise estatística

Os testes de Bartlett e Levene foram empregados para verificar a normalidade e a homocedasticidade dos dados obtidos para microdureza knoop (KH) e grau de conversão (DC) com os diferentes aparelhos fotoativadores e nas diferentes profundidades. Considerando os resultados dos testes de Bartlett e Levene, os gráficos das curvas de normalidade e o  $n=4$ , o teste não-paramétrico de Friedman foi o eleito para estudar o efeito

dos fatores, isoladamente. O teste de correlação de Spearman foi usado para investigar a relação entre as variáveis: dureza e grau de conversão. O nível de significância de 5 % foi considerado para todos os testes.

## 5 RESULTADOS

### 5.1 Unidades fotoativadoras

Os espectros de emissão obtidos para as três unidades fotoativadoras: Radium-cal/SDI, Bluephase G2/Ivoclar-Vivadent e Optilux 501/SDS-Kerr evidenciaram características peculiares aos dois tipos de fontes de luz (LED e QTH). (GRAF. 1)

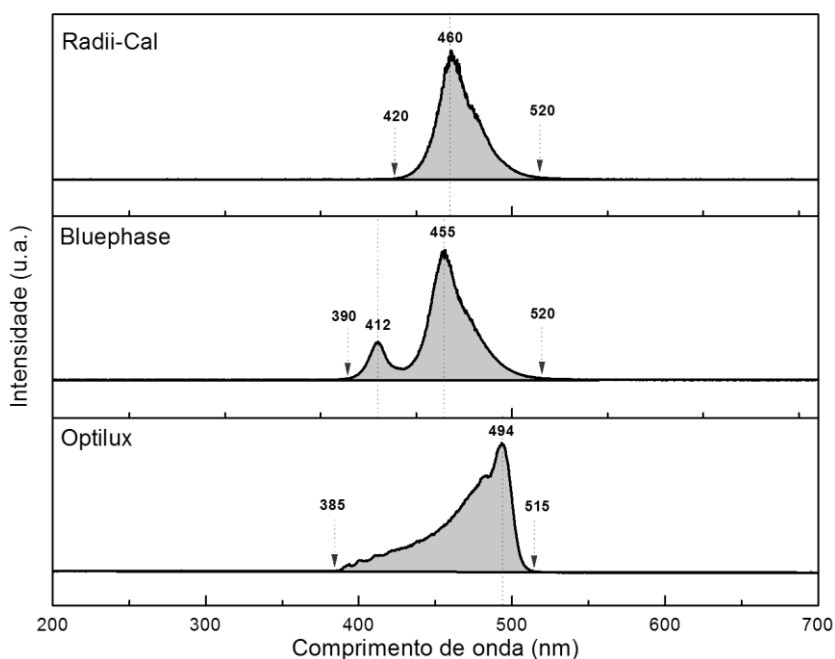


GRÁFICO 1. Espectros de emissão obtidos a partir do espectrômetro USB 4000 para as três unidades fotoativadoras pesquisadas.

Os resultados para os espectros de emissão das unidades fotoativadoras e os seus picos máximos avaliados no estudo (E) e os fornecidos pelo fabricante (F), foram organizados em função da norma ISO/TS 10650. (Quadro 3)

Características das unidades Fotoativadoras	Dados encontrados no estudo (E) e os fornecidos pelos fabricantes (F)		
	Radii-Cal (R)	Bluephase G2 (BP)	Optilux 501 (OP)
Faixa Espectral (nm)	420-520 (E)	390-520 (E)	385-515 (E)
	440-480 (F)	380-515 (F)	400-505 (F)
Pico (s) máximo(s) de emissão (nm)	Pico: 460 (E)	Pico1: 412(E), 410 (F)	Pico: 494 (E)
	Pico: 460 (F)	Pico2: 455 (E), 460 (F)	Pico: ----- (F)
Diâmetro das pontas (mm)	11,75 (E)	9,81 (E)	12,15 (E)
	12,00 (F)	10,00 (F)	11,00 (F)

QUADRO 3. Medidas do espectro de emissão e do diâmetro das pontas condutoras de luz fornecidos pelo fabricante (F) e os dados encontrados no estudo (E).

A mensuração das pontas condutoras das unidades fotoativadoras apresentou pequenas variações em relação às informações fornecidas pelos fabricantes, sendo que a de maior relevância foi para a ponta condutora do Optilux 501/SDS-Kerr que apresentou 1,15 milímetros de diferença. (FIG. 11)



FIGURA 11. Pontas condutoras de luz em A) Optilux 501/SDS-Kerr, B) Radii-cal/SDI e C) Bluephase G2/Ivoclar-Vivadent

De posse dos espectros de emissão das unidades fotoativadoras e dos diâmetros das pontas condutoras obteve-se as densidades de potência por regiões para cada aparelho. (Quadro 4)



Características das unidades Fotoativadoras	mW/cm <sup>2</sup>		
	Radii-Cal	Bluephase	Optilux 501
Densidade de Potencia - mW/cm <sup>2</sup> (Fabricante)	1200	1200	800-900
Densidade de Potencia - mW/cm <sup>2</sup> (Todo espectro)	894	1430	832
Densidade de Potencia - mW/cm <sup>2</sup> (400-515nm)	836	1316	805
Densidade de Potencia - mW/cm <sup>2</sup> (190-400nm)	30	66	24
Densidade de Potencia - mW/cm <sup>2</sup> (>500nm)	53	85	43

QUADRO 4. Resultados das densidades de potência de cada fotoativador obtidos para regiões específicas, seguindo a norma ISO/LS 10650.

## 5.2 Caracterização da resina Filtek P90/3M-ESPE (FP90) por termogravimetria (TG/DTA), espectroscopia RAMAN e EDX

A análise termogravimétrica e análise térmica diferencial confirmaram a proporção de carga para a resina FP90 de aproximadamente 76% em massa, conforme mencionado pelo fabricante.(GRAF. 2)

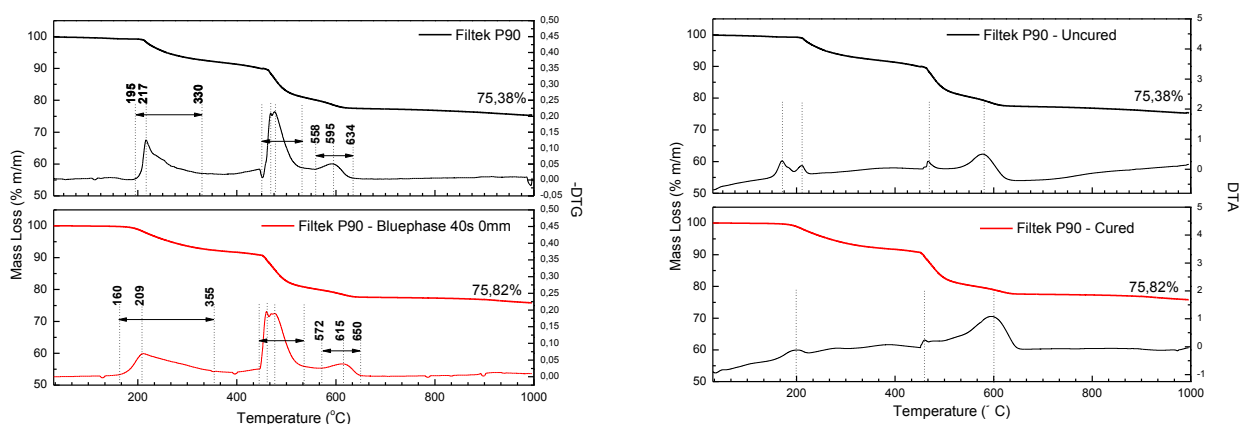


GRÁFICO 2. Representação das medidas de TG/DTA realizadas para a FP90 polimerizada e não polimerizada

A espectroscopia RAMAN foi utilizada para verificar alguns componentes da resina FP90. Foi verificada a presença de sílica organizada em rede cristalina (Quartzo), a

presença da banda “epoxi” ( $1275\text{ cm}^{-1}$ ), além de ligações “C-H” ( $1445\text{ cm}^{-1}$ ), e “C=C” ( $1592\text{ cm}^{-1}$ ). (GRAF. 3)

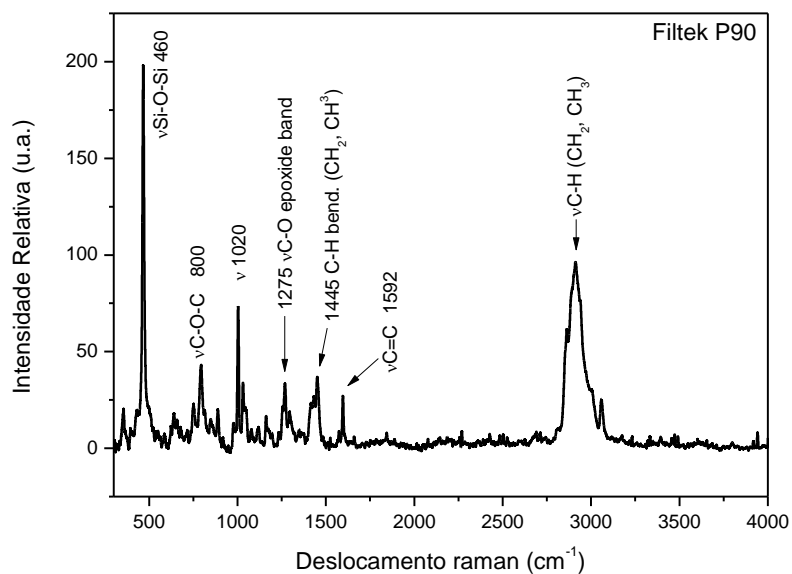


GRÁFICO 3. Espectro da FP90 obtido por espectroscopia RAMAN

Para caracterização dos componentes foi realizado uma espectrometria por dispersão de energia de RX (EDX). (GRAF. 4)

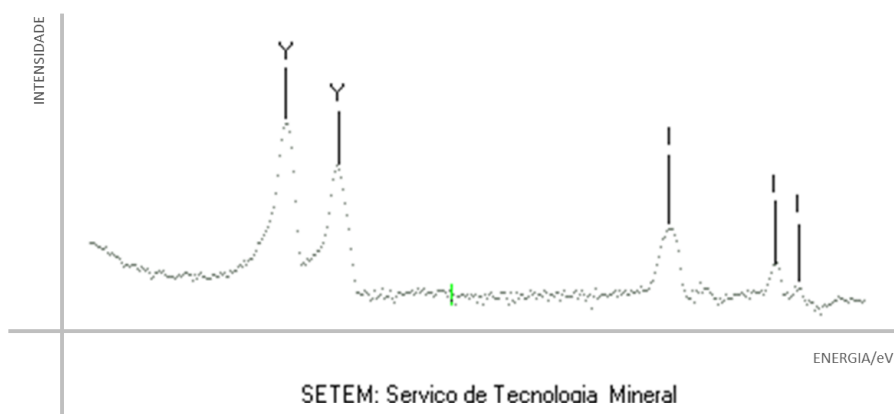


GRÁFICO 4. Espectroscopia por dispersão de energia de RX (EDX) evidenciando a presença de Ítrio e Iodo.

### 5.3 Determinação do grau de conversão

Os resultados relacionados ao grau de conversão (DC) para cada fator em estudo (unidade fotoativadora e profundidade), em cada bloco, foram organizados e tabulados. (QUADRO 5)

Fontes de Luz	Blocos	% DC (Grau de conversão)											
		Profundidade de polimerização (mm)											
		2			3			4			5		
		P1	P2	P3	P1	P2	P3	P1	P2	P3	P1	P2	P3
Radii-Cal	A	77,1	77,2	74,1	69,4	70,4	69,3	30,2	0,2	26,4	26,1	28,5	25,6
	B	76,6	74,5	73,8	68,9	69,3	70,0	59,4	62,3	60,8	11,4	5,0	20,8
	C	34,4	57,9	64,7	59,8	62,1	58,3	44,7	9,6	17,8	20,7	19,8	17,6
	D	54,9	60,6	56,9	67,8	66,9	62,8	4,7	40,8	7,4	0	26,3	6,4
Bluephase	A	79,5	81,3	81,3	72,9	71,3	70,7	58,0	63,1	62,1	54,7	26,1	22,3
	B	75,1	81,4	82,3	66,0	71,6	67,0	67,7	69,0	70,0	33,9	30,2	31,2
	C	78,9	75,5	76,7	68,8	65,5	65,1	56,5	60,2	51,8	17,0	13,8	15,4
	D	78,0	71,5	75,5	57,3	59,6	2,5	6,2	10,0	7,0	7,3	4,9	6,0
Optilux	A	80,1	76,9	80,4	70,3	69,1	69,2	60,1	61,8	54,2	37,9	24,9	36,0
	B	78,6	72,2	77,9	65,6	68,0	66,6	59,6	28,5	34,4	30,9	24,8	18,0
	C	75,4	71,0	72,1	60,1	56,9	61,3	39,2	40,9	23,2	15,0	14,0	20,4
	D	55,9	69,8	68,3	54,1	61,6	58,9	4,0	4,1	8,2	5,4	5,7	1,7

QUADRO 5. Valores de grau de conversão (DC) para os fatores em estudo em cada bloco. Três medidas foram realizadas em cada corpo de prova (P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub>).

O teste de Friedman mostrou efeito não significativo ( $p = 0,472$ ) dos aparelhos fotoativadores sobre o grau de conversão (Tabela 1).

TABELA 1. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito dos aparelhos fotoativadores sobre o grau de conversão (DC) do compósito Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE.

Unidade Fotoativadora	Numero de Blocos (n)	Mediana (Min-Max)	Soma das ordens
Bluephase G2	4	56,94 (32,15 – 62,12)	11,0
Optilux 501	4	50,79 (33,14 – 60,08)	7,0
Radii-cal	4	47,29 (37,96 – 54,40)	6,0

( $p = 0,472$ )

O teste de Friedman mostrou efeito significativo ( $p = 0,007$ ) das profundidades sobre o grau de conversão (Tabela 2). O grau de conversão foi significativamente maior na profundidade de 2 mm, quando comparado às profundidades de 4 e 5 mm.

TABELA 2. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito da profundidade sobre o grau de conversão do compósito Filtek P90™/3M-ESPE.

<i>Profundidade (mm)</i>	<i>Numero de Amostras (n)</i>	<i>Mediana (Min-Max)</i>	<i>Soma das ordens*</i>
2	4	72,85 (65,71 - 78,66)	16,0 <sup>a</sup>
3	4	65,05 (54,61 - 70,29)	12,0 <sup>a,b</sup>
4	4	40,78 (10,27 - 56,86)	8,0 <sup>b,c</sup>
5	4	21,15 (7,08 - 31,34)	4,0 <sup>c</sup>

\* valores seguidos de letras diferentes indicam diferença significativa ( $p = 0,007$ ;  $dms = 7,96$ )

Os espectros de absorvância obtidos durante a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR) demonstraram que enquanto a banda referente às ligações “C-H” ( $2919\text{ cm}^{-1}$ ) (GRAF. 5) permaneceu inalterada (padrão interno), após a polimerização houve uma variação das bandas referentes aos anéis oxiranos ( $883\text{ cm}^{-1}$ ) (GRAF. 6), sugerindo a abertura dos anéis.

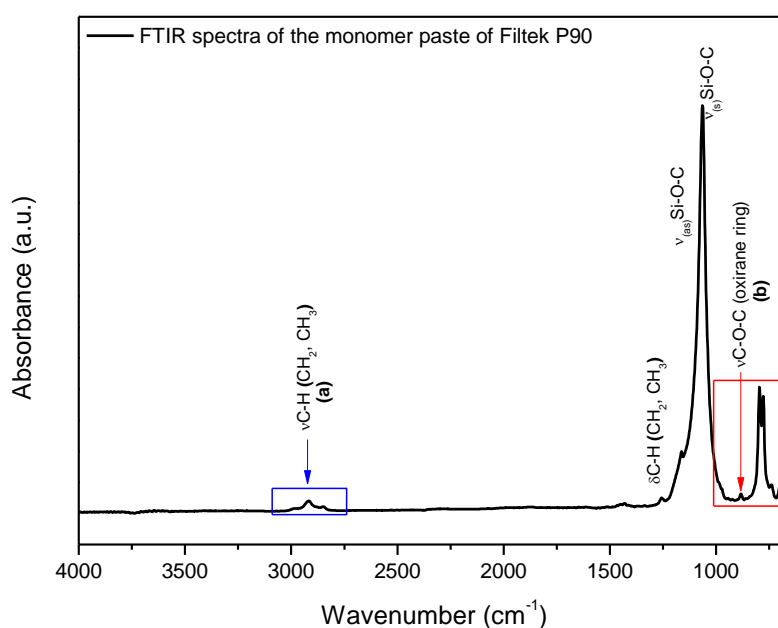


GRÁFICO 5. Identificação das bandas utilizadas para mensuração do grau de conversão. (a) Ligação “C-H” ( $2919\text{ cm}^{-1}$ )/Padrão Interno e (b) banda referente aos anéis oxirano ( $883\text{ cm}^{-1}$ ).

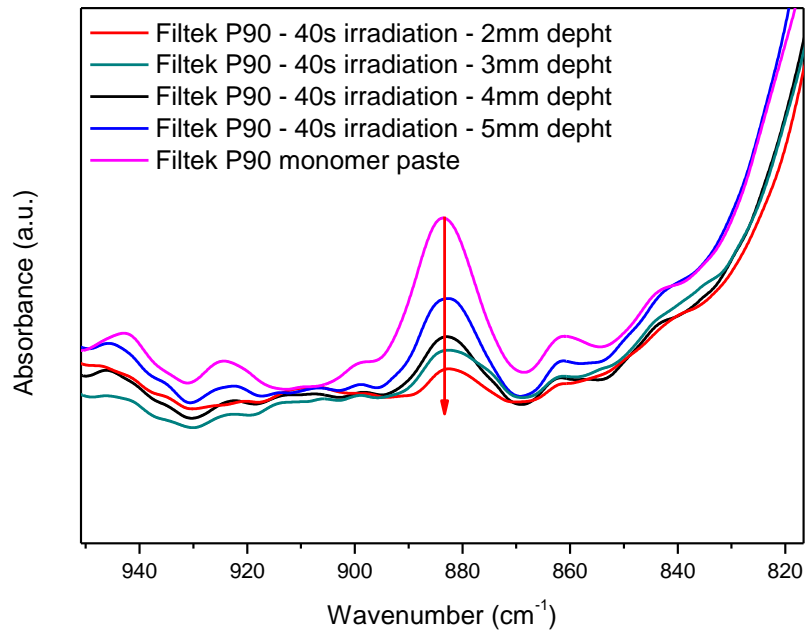


GRÁFICO 6. Visualização da redução da banda “C-O-C” (883 cm<sup>-1</sup>) sugerindo a abertura dos anéis.

### 5.4 Determinação da microdureza Knoop

Os resultados relacionados à microdureza Knoop para cada fator em estudo (unidade fotoativadora e profundidade) em cada bloco foram organizados e tabulados:

Fontes de Luz	Blocos	Microdureza Knoop (KH)																			
		Profundidade de polimerização (mm)																			
		2					3					4					5				
		P1	P2	P3	P4	P5	P1	P2	P3	P4	P5	P1	P2	P3	P4	P5	P1	P2	P3	P4	P5
Radii-Cal	A	591	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655
	B	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168
	C	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433
	D	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056
Bluephase	A	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433
	B	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214
	C	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056
	D	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047
Optilux	A	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433
	B	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214
	C	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056
	D	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047	4413	5655	4168	4433	4214	4056	4047

QUADRO 6. Valores de Microdureza Knoop (KH) para os fatores em estudo em cada bloco. Cinco medidas foram realizadas em cada corpo de prova (P<sub>1</sub>, P<sub>2</sub>, P<sub>3</sub>, P<sub>4</sub>, e P<sub>5</sub>)

O teste de Friedman mostrou efeito não significativo (p = 0,174) dos aparelhos fotoativadores sobre a dureza Knoop (HK)(Tabela 3).

TABELA 3. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito do aparelho fotoativador sobre a dureza Knoop (HK) do compósito Filtek P90™/3M-ESPE.

<i>Unidade Fotoativadora</i>	<i>Numero de Blocos (n)</i>	<i>Mediana (Min-Max)</i>	<i>Soma das ordens</i>
Bluephase G2	4	33,10 (27,33 – 36,88)	11,0
Radii-cal	4	34,66 (28,10 – 33,71)	7,0
Optilux 501	4	32,69 (27,21 – 34,28)	6,0

( $p = 0,174$ )

O teste de Friedman mostrou efeito significativo ( $p = 0,007$ ) das profundidades sobre a dureza (Tabela 4). A dureza (KH) foi significativamente maior na profundidade de 2 mm, quando comparada às profundidades de 4 e 5 mm.

TABELA 4. Resultado do teste de Friedman que avaliou o efeito da profundidade sobre a dureza Knoop do compósito Filtek P90™/3M-ESPE.

<i>Profundidade (mm)</i>	<i>Numero de Amostras (n)</i>	<i>Mediana (Min-Max)</i>	<i>Soma das ordens</i> <sup>*</sup>
2	4	41,76 (39,98 - 41,82)	16,0 <sup>a</sup>
3	4	38,67 (37,38 - 38,71)	12,0 <sup>a,b</sup>
4	4	33,09 (20,11 - 34,74)	8,0 <sup>b,c</sup>
5	4	20,23 (10,22 - 24,81)	4,0 <sup>c</sup>

\* valores seguidos de letras diferentes indicam diferença significativa ( $p = 0,007$ ;  $dms = 7,96$ )

### 5.5 Correlação entre a microdureza Knoop (HK) e o grau de conversão (GC)

Através da análise de Spearman foi observada uma correlação linear positiva entre as variáveis dureza e grau de conversão para o compósito Filtek P90™/3M-ESPE ( $r = 0,858$ ;  $p < 0,000$ ). O gráfico 7 ilustra o diagrama de dispersão dos dados de grau de conversão plotados no eixo x em função da dureza, no eixo y.

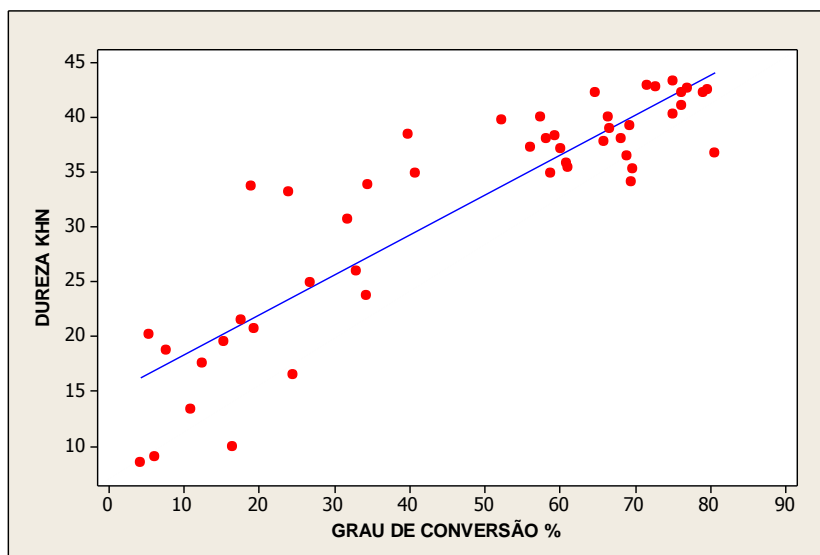


GRÁFICO 7. Diagrama de dispersão dos dados de grau de conversão (%) no eixo x plotados em função da dureza (KHN) no eixo y, do compósito Filtek P90™/3M-ESPE

## 6 DISCUSSÃO

Para que um material restaurador odontológico seja comercializado, várias etapas de pesquisa devem ser seguidas, iniciando com os estudos laboratoriais e finalizando com os estudos clínicos longitudinais. As pesquisas laboratoriais muito embora não apresentem as condições reais, elucidam algumas características dos materiais pesquisados como as propriedades mecânicas, físico-químicas e a biocompatibilidade.

Para que as pesquisas laboratoriais possam gerar resultados capazes de serem comparados existe a necessidade de uma padronização dos experimentos.

Sabe-se que as propriedades físicas e mecânicas dos compósitos fotoativados são diretamente influenciadas pelo nível de conversão obtido durante a polimerização. A esta quantidade de monômeros que se converte em polímeros dá-se o nome de grau de conversão (DC). Para os compósitos fotopolimerizáveis à base de metacrilato o DC pode variar de 43 a 75% dependendo da sua composição (cor, sistema fotoiniciador, forma e quantidade de partículas, tipo de matriz orgânica), do volume do incremento, da intensidade e espectro de irradiação, do tempo de exposição e da distância da unidade fotoativadora (HALVORSON *et al.*, 2003; RUYTER & OYASED, 1982 *apud* MORAES *et al.*, 2008).

Este estudo inicialmente determinou o espectro de emissão e a densidade de potência de três aparelhos fotoativadores (Radii-cal/SDI, Bluephase/Ivoclar-Vivadent e Optilux 501/SDS-Kerr) de acordo com a norma ISO/TS: 10650. Esta norma estabelece os valores de densidade de potência para faixas específicas do espectro de emissão. Para a faixa espectral entre 190 a 400 nm, onde a densidade de potência recomendada é de até 100 mW/cm<sup>2</sup>, nenhum dos aparelhos utilizados excedeu este valor. Nesta faixa de espectro tendendo ao ultravioleta, a luz oferece risco à visão tanto para o operador quanto para o paciente. Assim, as unidades fotoativadoras utilizadas neste estudo não apresentam risco à visão (Franco & Lopes, 2003). Entre 400-515 nm, esta norma recomenda que a densidade de potência não deva ser menor que 300 mW/cm<sup>2</sup> e nem superior a 1000 mW/cm<sup>2</sup> para qualquer aparelho fotoativador. Os achados deste estudo verificaram que apenas o Bluephase G2/Ivoclar-Vivadent excedeu os valores preconizados para esta faixa apresentando uma densidade de potência de 1360 mW/cm<sup>2</sup>, enquanto o Radii-cal/SDI e o Optilux 501/SDS-Kerr apresentaram 832 mW/cm<sup>2</sup> e 805 mW/cm<sup>2</sup>, respectivamente. A literatura relata que altos valores de densidade de potência podem gerar calor excessivo e, por conseqüência, efeitos danosos ao tecido pulpar (MACCABE, 1985; MASUTANI *et al.*, 1988). Além disso, podem gerar uma polimerização mais rápida impedindo que o compósito se escoe durante a fase pré-gel,



umentando as tensões na interface dente/restauração. Acima de 515 nm somente o Optilux 501/SDS-Kerr seguiu a recomendação de até 50 mW/cm<sup>2</sup>, apresentando 43 mW/cm<sup>2</sup> de densidade de potência. Segundo Franco & Lopes (2003) nesta região do infravermelho existe a liberação de calor contribuindo ainda mais para a irritação pulpar. Quanto ao espectro de emissão de luz de cada aparelho fornecido pelos fabricantes, nenhum deles foi semelhante ao encontrado pelos testes de espectroscopia realizados neste estudo, o que poderia influenciar os valores de densidade de potência dos mesmos.

A análise estatística de Friedman não demonstrou influência das unidades fotoativadoras nas duas variáveis resposta, mostrando que o grau de conversão e a microdureza Knoop não são somente dependentes da densidade de potência, mas sim, da composição do compósito (fotoiniciador, tipo e tamanho das partículas) além do espectro de emissão e da distância das unidades fotoativadoras ao compósito (MORAES *et al.*, 2008; LEPRINCE *et al.*, 2010).

A caracterização do compósito Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE realizada por meio da termogravimetria, verificou a porcentagem de aproximadamente 76% em massa de carga, coincidindo com as informações fornecidas pelo fabricante.

Através da espectroscopia de dispersão de energia por RX (EDX) verificou-se qualitativamente a presença de “Ítrio” componente das partículas inorgânicas e “Iodo” presente nos iniciadores (sais de iodônio) do compósito estudado. Estes achados reforçam o modo diferenciado de polimerização através da abertura dos anéis oxiranos por meio de cátions ácidos, segundo Weinman *et al.* (2006).

Segundo a *American Dental Association-ADA* (1985), existem diferentes formas de avaliar a profundidade de polimerização tais como métodos de distinção óptica, raspagem da superfície, testes de dureza superficial, manchamento (técnica de pigmentação), além das medidas de conversão polimérica.

Alguns estudos têm determinado a profundidade de polimerização dos compósitos a partir da medida do grau de conversão e da dureza (NEVES *et al.*, 2002; MENDES *et al.*, 2005).

O grau de conversão (DC) pode ser mensurado por meio da espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier – FTIR (MENDES *et al.*, 2005; PALIN *et al.*, 2005; ILIE & HICKEL, 2006; PAPADOGIANNIS *et al.*, 2009), da espectroscopia RAMAN (SILIKAS *et al.*, 2000; HALVORSON *et al.*, 2003; NAVARRA *et al.*, 2009), da ressonância magnética nuclear – RMN (CHAPPELOW *et al.*, 2007), da calorimetria diferencial

exploratória – CDE (ANTONUCCI & TOOTH, 1983) e da análise térmica diferencial (MCCABE, 1985).

A espectroscopia RAMAN foi realizada para verificar qualitativamente as bandas relativas aos modos vibracionais dos grupos “epoxídicos” e a presença das ligações “C=C” e “C-H”, além da sílica no compósito FP90. Este teste também foi utilizado para verificar o grau de conversão, todavia o compósito apresentou uma luminescência incompatível com a realização do mesmo.

A adequada polimerização dos compósitos está diretamente relacionada ao grau de conversão (DC), o que proporciona propriedades físico-químicas e mecânicas ótimas além de um desempenho clínico satisfatório. Neste estudo, no intuito de determinar o grau de conversão, utilizou-se para a confecção dos corpos de prova uma matriz de nylon cilíndrica com orifício central de 5mm de diâmetro seccionada em quatro profundidades de 1mm cada, semelhante à matriz utilizada no estudo de Denis (2007). Optou-se pelo nylon devido à facilidade de remoção dos corpos de prova e a semelhança às características ópticas de reflexão e refração com as estruturas dentais. Outra diferença da matriz utilizada neste estudo foi a presença de um anel específico para cada unidade fotoativadora, onde a ponta do mesmo se adaptava perfeitamente. A confecção desta matriz já seccionada em profundidades de 1 mm teve como objetivo evitar que os corpos de prova tivessem o grau de conversão alterado devido ao calor provocado por um possível corte dos corpos de prova, como o realizado por Ilie & Hickel (2006). A absorção de água oriunda da refrigeração durante o corte também poderia alterar a visualização das bandas durante a realização da espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FTIR).

Com relação ao grau de conversão das resinas à base de silorano, trabalhos foram conduzidos com diferentes objetivos seguindo uma metodologia variada o que dificulta a comparação dos resultados (PALIN *et al.*, 2004; CHAPPELOW *et al.*, 2007; PAPADOGIANNIS *et al.*, 2009), sendo que apenas um estudo avaliou o grau de conversão, a dureza e a correlação entre os dois testes em diferentes profundidades (ILIE & HICKEL, 2006).

O presente estudo mostrou uma diminuição do grau de conversão em função da profundidade, sendo que para a profundidade de 2mm o grau de conversão foi significativamente maior que para as profundidades de 4 e 5 mm. Este achado é reforçado pelos estudos de Mendes *et al.* (2005) e Papadogiannis *et al.* (2009) que verificaram uma diminuição do grau de conversão em função da profundidade. O valor médio do DC encontrado para a profundidade de 2mm neste estudo foi de 72,85% sendo maior que os

resultados máximos de conversão obtidos para os compósitos à base silorano encontrados na literatura, que variaram entre 50 e 64,9% (Palin *et al.*, 2004; Papadogiannis *et al.*, 2009), possivelmente esta diferença se deu devido à variação das densidades de potência e tempos de fotoativação nos diferentes estudos.

A dureza é um indicativo da ductibilidade, da lisura e da capacidade abrasiva, podendo prever a resistência ao desgaste superficial de um compósito (LIEN & WANDEWALLE, 2010). Em estudos prévios, utilizando compósitos à base de metacrilato, foi verificado que o aumento da quantidade de partículas inorgânicas por volume, bem como o aprimoramento do DC, produziram uma alta dureza superficial (FERRACANE, 1985; MASOURAS *et al.*, 2008). Da mesma forma que os resultados encontrados na literatura para o DC dos compósitos à base de silorano, os resultados para os testes de microdureza são difíceis de serem comparados devido às diferenças metodológicas (PALIN *et al.*, 2005; ILIE *et al.*, 2006; BRACKETT *et al.*, 2006; ILIE & HICKEL, 2009; YESILYURT *et al.*, 2009; LEPRINCE *et al.*; 2010; HAHNEL *et al.*, 2010). A microdureza Knoop (KH) foi o teste mecânico escolhido para determinar de forma indireta a profundidade de polimerização. Este teste pode ser usado para determinar a dureza de regiões finas devido ao fato da endentação ser mais estreita que a endentação da dureza Vickers. Além disso, não apresenta influência do fenômeno de recuperação elástica comum a alguns materiais poliméricos. Este estudo encontrou valor médio para a microdureza Knoop de 41,76 (KHN) na profundidade 2mm. Este valor relativamente é menor que os encontrados na literatura para os compósitos à base de metacrilato (YESILYURT *et al.*, 2009; LIEN & WANDEWALLE, 2010). Isto pode estar associado à sua baixa proporção de carga por volume (55%) segundo LIEN & WANDEWALLE (2010). Os resultados de microdureza Knoop para os compósitos à base de silorano encontrados na literatura variaram entre 43 e 60 (KHN) (YESILYURT *et al.*, 2009; LIEN & WANDEWALLE, 2010).

Assim como o DC, a microdureza Knoop (KH) diminuiu em função da profundidade, sendo significativamente maior na profundidade 2mm quando comparada às profundidades 4 e 5mm. Os dados encontrados diferem dos achados de Ilie & Hickel (2006), que não verificaram diferença estatística significativa, entre as profundidades de 2 e 6 mm, utilizando o teste de microdureza Vickers. A diferença entre os resultados do presente estudo e o de Ilie & Hickel (2006) pode ser devido aos diferentes testes de dureza empregados e ao fato deste último estudo ter utilizado fotoativação de cada incremento separadamente.

No presente trabalho observou-se uma forte correlação entre o grau de conversão e a microdureza Knoop de forma similar a outros estudos os quais indicam que a dureza pode

servir como um indicador mecânico do grau de conversão (NEVES *et al.*, 2002; OBICI *et al.*, 2005). Embora tenha sido verificada uma correlação linear positiva entre a dureza e o grau de conversão, faz-se necessário aprofundar o conhecimento acerca do processo de polimerização dos compósitos à base de silorano, uma vez que este material apresentou uma baixa dureza se comparado aos compósitos à base de metacrilato, muito embora o grau de conversão esteve nos parâmetros aceitáveis.

## 7 CONCLUSÃO

- A diferença entre os resultados dos espectros de emissão fornecidos pelos fabricantes e os resultados encontrados neste estudo, não foi relevante, já que estatisticamente não houve influência das unidades fotoativadoras nas variáveis resposta: grau de conversão e microdureza Knoop. Quanto às recomendações da norma ISO/TS 10650 somente o Optilux 501/SDS-Kerr apresentou, para todas as faixas espectrais estabelecidas nesta norma, as densidades de potência permitidas;
- Quanto à caracterização da resina Filtek P90<sup>TM</sup>/3M-ESPE, apesar de ter sido realizada uma investigação de partida foi possível confirmar algumas informações do fabricante como: a porcentagem de carga por peso de 76% fornecida pela análise térmica, a presença de “Ítrio” e “Iodo” através da espectroscopia de dispersão de energia por RX, além da verificação dos grupos químicos importantes para o processo de polimerização deste compósito, através da espectroscopia RAMAN e FTIR;
- A utilização de uma matriz previamente seccionada evitou a realização de cortes nos corpos de prova impedindo uma possível alteração no grau de conversão devido à presença de calor. Mais estudos precisam ser realizados para verificar a real influência do corte dos corpos de prova nas medidas do grau de conversão;
- Os valores de microdureza Knoop e grau de conversão foram estatisticamente maiores nas profundidade 2 quando comparado às profundidades 4 e 5mm, ademais houve uma correlação linear positiva entre grau de conversão e microdureza Knoop, o que reforça o fato da escolha correta das bandas para realização da espectroscopia transformada de Fourier.

**REFERÊNCIAS<sup>50</sup>**

ANTONUCCI JM, TOTH EE. Extent of polymerization of dental resins by differential scanning calorimetry. *Journal of Dental Research* (1983); 62 (2): pp. 121-125.

ASMUSSEN E, PEUTZFELTD A. Ligh-emitting diode curing: influence on select properties of resin composites. *Quintessence International* (2003); 34(1): pp.71-5.

BOWEN, RL. Use of epoxy resins in restorative materials. *Journal of Dental Research* (1956); 35(3): pp. 360-369.

BOWEN, RL. Properties of silica reinforced polymer of dental restorations. *Journal of the American Dental Association* (1963); 66: pp.71-78.

BOILLAGUET S, GAMBA J, FORCHELET J, KREJCI I, WATANABE JC. Dynamics of composite polymerization mediates the development of cuspal strain. *Dental Materials* (2006); 22(10): pp. 896-902.

BRAGA RR, FERRACANE JL. Alternatives in polymerization contraction stress management. *Critical Reviews in Oral Biology & Medicine* (2004); 15(3): pp. 176-184.

BURGESS JO, WALKER RS, PORCHE CJ, RAPPOLD AJ. *Light curing an update. Compendium Continuing Education in Dentistry* (2002); 23(10): pp. 889-896.

BYERLEY TJ, EICK JD, CHEN GP, CHAPPELOW CC, MILLICH F. Synthesis and polymerization of new expanding dental monomers. *Dental Materials* (1992); 8(6): pp. 345 - 350.

CHAPPELOW CC, PINZINO CS, CHEN SS, KOTHA SP, GLAROS GA, EICK JD. Tetraoxaspiroalkanes for polymerization stress reduction of silorane resins. *Journal of Applied Polymer Science* (2008); 108: pp. 3738-3747.

DAVIDSON CL, FEILZER AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. *Journal of Dentistry* (1997); 25(6): pp. 435-440.

---

<sup>50</sup> Referencias segundo a normalização da FO/UFGM, baseadas na norma NBR 6023(ABNT)

DENIS AB. Fotoativação de resinas compostas por diferentes fontes de luz e avaliação da profundidade de polimerização por diversos métodos. Dissertação para obtenção do título de mestre em bioengenharia. (2007).

DUARTE JR S, BOTTA AC, PHARK JH, SADAN A. Select mechanical and physical properties and clinical application of a new low-shrinkage composite restoration. *Quintessence Internacional* (2009);40: pp. 631-638.

ELIAS NC, LOPES HP. Ensaio mecânicos. In: ESTRELA C. Metodologia Científica: ensino e pesquisa em odontologia. Artes Médicas (2001): pp. 249-273.

EICK JD, BYERLEY TJ, CHAPPEL RP, CHEN GR, BOWLES CQ, CHAPELOW CC. Properties of expanding SOC/epoxy copolymers for dental use in dental composites. *Dental Materials* (1993); 9(2): pp.123-127.

EICK JD, SMITH RE, PINZINO CS, KOSTORYZ EL. Stability of silorane dental monomers in aqueous systems. *Journal of Dentistry* (2006); 34: pp. 405-410.

ERNST CP, MEYER GR, KLOCKER K, WILERSHAUSEN B. Determination of polymerization shrinkage stress by means of a photoelastic investigation. *Dental Materials* (2004); 20(4): pp. 313-321.

FEILZER AJ, DE GEE AJ, DAVIDSON CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. *Journal of Dental Research* (1987); 66(11): pp. 1636-1639.

FRANCO EB, LOPES LG. Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos. *Revista Biodonto* (2003); 1(2).

GLEN JF. Comments on Dr. Bowen's Presentation. *Journal Dental Research* (1979); 58(5): pp.1504-1506.

GOEL BRACKETT M, BOUILLAGUET S, LOCKWOOD PE, ROTENBERG S, LEWIS JB, MESSER RLW, WATAHA JC. In vitro citotoxicity of dental composites based on new and tradicional polymerization chemistries. *Journal of Biomedical Materials Research Part B: Applied Biomaterials* (2006): pp.397-402

HOFMANN N, HUGO B, SCHUBERT K, KLAIBER B. Comparision between a plasma arclight source and convencional halogen curing units regarding flexural strength, modulus and hardness of photoactivated resin composites. *Clinical Oral Investigation* (2000); 4(3): 140-7.

HALVORSON RH, ERICKSON RL, DAVIDSON CL. The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. *Dental Materials* (2003); 19(4): pp.327-333.

HAHNEL S, HENRICH A, BURGERS R, HANDEL G, ROSENTRITT M. Investigation of mechanical properties of modern dental composites after artificial aging for one year. *Operative Dentistry* (2010); 35(4): pp.412-419

IMAZATO S, MACCABE J. Influence of incorporation of antibacterial monomer on curing behavior of dental composite. *Journal of Dental Research* (1994); 73(10): pp.1641-1645.

IMAZATO S, MCCABE JF, TARUMI H, EHARA A, EBISU S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dental Materials* (2001); 17(2): pp.178-183.

ILIE N, JELEN E, CLEMENTINO-LUEDEMANN T, HICKEL R. Low-Shrinkage composite for dental application. *Dental Materials Journal* (2007); 26(2): pp.149-155.

ILIE N, HICKEL R. Silorane-based dental composite: behavior and abilities. *Dental Materials Journal* (2006); 25(3): pp.1-10.

ILIE N, HICKEL R. Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane an methacrylate-based composites. *Dental Materials* (2009); 25(6):810-9.

ILIE N, HICKEL R. Investigation on mechanical behavior of dental composites. *Clinical Oral Investigation* (2009);13: pp. 427-438.

KOPPERUD HM, SCHMIDT M, KLEVEN IS. Elution of substances from a silorane-based dental composite. *European Journal of Oral Science* (2010); 118(1): pp. 100-102.

KOSTORYZ EL, ZHU Q, ZHAO H, GLAROS AG, EICK ED. Assessment of citotoxicity and DNA damage exhibited by siloranes and oxiranes in culured mammalian cells. *Journal Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis* (2007); 634: pp. 156-162.

KUNZELMANN KH, MEHL A, HICKEL R. Sliding-wear of an experimental Ormocer and 15 commercial composite. *Journal of Dental Research* (1998): pp.226/ Abstract n. 77.

LEONARD DL, CHARLTON DG, ROBERTS HW, COHEN ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* (2002); 14(5): pp.286-295.



LEPRINCE J, PALIN WM, MULLIER T, DEVAUX J, VREVEN J, LELOUP G. Investigating filler morphology and mechanical properties of new low-shrinkage resin composite types. *Journal of Oral Rehabilitation* (2010); 37(5): pp. 364-76

LIEN W, VANDEWALLE KS. Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dental Materials* (2010); 26(4): pp.337-344.

LUTZ F, KREJCI I, OLDENBURG TR. Elimination of polymerization stresses at the margins of posterior composite resin restorations: a new restorative technique. *Quintessence International* (1986); 17(12): pp. 777-784.

MASUTANI S, SETCOS JC, SCHINEL RJ, PHILIPS RW. Temperature rise during polymerization of visible light-activated composite resins. *Dental Materials* (1988); 4(4): pp. 174-8.

MARGHALANI HY, Post-irradiation Vickers hardness development of novel resin composites. *Materials Research* (2010); 10(1): pp. 81-87.

MCCABE JF. Cure performance of light-activated composites by differential thermal analysis (DTA). *Dental Materials* (1985); 1(6): pp.231-234.

MENDES LC, TEDESCO AD, MIRANDA MS. Determination of degree of conversion as function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. *Polymer Testing* (2005); 24(4): pp. 418-422.

MILLS RW, JANDT KD, ASHWORTH SH. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. *British Dental Journal* (1999); 186(8): pp.388-391.

MORAES LGP, ROCHA RSF, MENEGAZZO LM, ARAÚJO EB, YUKIMITU K, MORAES JCS. Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites. *Journal Applied Oral Science* (2008); 16(2): pp.145-149.

MORGAN DR, KALACHANDRA S, SHOBHA HK, GUNDUZ N, STEJSKAL EO. Analysis of a dimethacrylate copolymer (BisGMA and TEGDMA) network by DSC and <sup>13</sup>C solution and solid-state NMR spectroscopy. *Biomaterials* (2000); 21(18): pp.1897-1903.

MOZSNER N, SALZ U. News developments of polymeric dental composites. *Progressing in Polymer Science* (2001); 26: pp.535-576.

NAGEM FILHO, H. Materiais Dentários - Resinas Compostas. Produções Artes Gráficas Ltda (1999): pp.7-15.

NAVARRA CO, CADENARO M, ARMSTRONG SR, JESSOP J, ANTONIOLLI F, SERGO V, LENARDA RD, BRESCHI L. Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE bond within the hybrid and adhesive layer: an in situ Raman analysis. *Dental Materials* (2009); 25(9): pp.1178-85

NEVES AD, DISCACCIATI JAC, OREFICE RL, JANSEN WC. Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. *Pesquisa Odontológica Brasileira* (2002); 16(4): pp. 349-354.

NOMOTO R, MACCABE JF, HIRANO S. Comparison of halogen, plasma and LED curing units. *Operative Dentistry* (2004); 29(3): pp. 287-294.

PAFFENBARGER GC, NELSEN RJ, SWEENEY WT. Direct and indirect filling resins: A review of some physical and chemical properties. *Journal American of Dentistry* (1953); 47(5): pp. 516-524.

PALIN WM, FLEMING GJP, NATHWANI H, BURKE FJT, MARQUIS PM, RANDALL RC. The reliability in flexural strength testing of a novel dental composite. *Journal of Dentistry* (2003); 31(4): pp. 549-557.

PALIN WM, FLEMING GJP, NATHWANI H, BURKE FJT, RANDALL RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low shrink dental composites. *Dental Materials* (2005); 21(4): pp. 324-335.

PAPADOGIANNIS D, KAKABOURA A, PALAGHIAS G, ELIADES G. Setting characteristics and cavity adaptation of low-shrinking resin composites. *Dental Materials* (2009); 25(12): pp. 1509-16

PEUTZFELDT A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. *European Journal Oral Science* (1997),105(2): pp.97-116.

PORTELA A, VASCONCELOS M, CLEMENTE M, CAVALHEIRO J. Resinas Compostas: Avaliação da contração e profundidade em função da matriz orgânica. *Revista Portuguesa de Estomatologia, Medicina Dentária e Cirurgia Maxilofacial* (2010); 51(1): pp. 13-18.

PRICE RB, et.al. Comparison of quartz-tungsten-halogen, light emitting diode and plasma arc curing lights. *Journal of Adhesive Dentistry* (2003); 5(3): pp.193-207.

PRICE RB, FELIX CA, ANDREOU P. Evaluation of a dual peak third generation LED curing light. *Compendium Continuing Education in Dentistry* (2005); 26(5): pp.331-338.

RODRIGUEZ GDR, PEREIRA SNA. Evolucion y tendencias actuales en resinas compuestas. *Acta Odontológica Venezolana* (2008); 46(1): pp.1-12.

RUEGGERBERG FA. Contemporary issues in photocuring. *Compendium Continuing Education in Dentistry* (1999); 25(suppl): s4-s15.

RUEGGERBERG FA. From vulcanite to vinyl, a history of resins in restorative dentistry. *The Journal of Prosthetic Dentistry* (2002); 87(4): pp.364-379.

SANTOS LA, TURBINO ML, YOUSSEF MN, MATSON E. Microdureza de resina composta: efeitos de aparelhos e tempos de polimerização em diferentes profundidades. *Pesquisa Odontológica Brasileira* (2000); 14(1): pp.65-70.

SCHWEIKL H, SCHMALZ G, WEINMANN W. Mutagenic activity of structurally related oxiranes and siloranes in *Salmonella typhimurium*. *Journal Genetic Toxicology and Environmental Mutagenesis* (2002); 521(1): pp.19-27.

SCHWEIKL H, SCHMALZ G, WEINMANN W. The induction of gene mutations and micronuclei by oxiranes and siloranes in mammalian cells in vitro. *Journal of Dental Research* (2004); 83(1): pp.17-21.

SILVA E SOUZA JUNIOR MH, CARVALHO RM, MONDELLI RFL. *Odontologia Estética - Fundamentos e Aplicações Clínicas*. Editora Santos (2000): pp. 1-27.

SUSTERCIC D, CEVC P, FUNDUK N, PINTAR MM. Determination of curing time in visible-light-cured composite resins of different thickness by electron paramagnetic resonance. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* (1997); 8(8): pp.507-510.

THOMPSON V, WILLIAMS E, BAILEY W. Dental resin with reduced shrinkage during hardening. *Journal of Dental Research* (1979); 58(5): pp.1522 - 1534.

TILBROOK DA. Photocurable epoxy-polyol matrices for use in dental composites I. *Biomaterials* (1999); 21(17): pp.1743-1753.

WEI W, JIN K, XU J. Novel organic-inorganic chemical hybrid fillers for dental composite materials. *Journal Applied Polymer Science* (1998); 70(9): pp.1689 - 1699.

WEINMANN W, THALACKER C, GUGGENBERGER R. Siloranes in dental composites. *Dental Materials* (2005); 21(1): pp.68-74.

YAMAZAKI PVC, BEDRAN-RUSSO AKB, PEREIRA PNR, SWIJT JR EJ. Microleakage of a new low shrinkage composite restorative material. *Operative Dentistry* (2006); 31(6): pp. 670-676.

YESILYURT C, YOLDAS O, ALTINTAS SH, KUSGOZ A. Effects of food-simulating liquids on the mechanical properties of a silorane-based dental composites. *Dental Materials Journal* (2009); 28(3): 362-367.

VAN ENDE A, MUNCK JD, MINE A, LAMBRECHTS P, MEERBEEK BV. Does a low shrinking composite induce less stress at the interface adhesive? *Dental Materials* (2009); 26(3): pp. 215-22

VAYDIANATHAN K, MURTHY H, NATHOO R. Antimicrobial activity and its retention in a antibacterial composite. *Journal of Dental Research* (1999); Abstract n<sup>o</sup> 1670, 78: pp.314.

VENHOVEN BAM, GEE AJ, DAVIDSON CL . Polymerization contraction and conversion of light-curing Bis-GMA based methacrylate resins. *Biomaterials* (1993); 14(11): pp. 871-875.