

NÍVEA REGINA DE GODOY FRÓES SALGADO

**INFLUÊNCIA DO PRÉ-AQUECIMENTO E DE DIFERENTES
REGIMES DE FOTOATIVAÇÃO NA ADAPTAÇÃO MARGINAL,
GRAU DE CONVERSÃO E PROPRIEDADES MECÂNICAS DE UM
COMPÓSITO NANOPARTICULADO**

São Paulo

2008

Nívea Regina de Godoy Fróes Salgado

Influência do pré-aquecimento e de diferentes regimes de fotoativação na adaptação marginal, grau de conversão e propriedades mecânicas de um compósito nanoparticulado

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

Área de Concentração: Materiais Dentários

Orientador: Prof. Dr. Carlos Eduardo Francci

São Paulo

2008

Catálogo-na-Publicação
Serviço de Documentação Odontológica
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo

Salgado, Nívea Regina de Godoy Fróes

Influência do pré-aquecimento e de diferentes regimes de fotoativação na adaptação marginal, grau de conversão e propriedades mecânicas de um compósito nanoparticulado / Nívea Regina de Godoy Fróes Salgado; orientador Carlos Franci. -- São Paulo, 2008.

79p. : fig., tab.; 30 cm.

Tese (Doutorado - Programa de Pós-Graduação em Odontologia. Área de Concentração: Materiais Dentários) -- Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo.

1. Nanocompósitos – Restaurações – Adaptação marginal 2 Materiais dentários – Propriedades mecânicas

CDD 617.695
BLACK D15

AUTORIZO A REPRODUÇÃO E DIVULGAÇÃO TOTAL OU PARCIAL DESTE TRABALHO, POR QUALQUER MEIO CONVENCIONAL OU ELETRÔNICO, PARA FINS DE ESTUDO E PESQUISA, DESDE QUE CITADA A FONTE E COMUNICADA AO AUTOR A REFERÊNCIA DA CITAÇÃO.

São Paulo, ____/____/____

Assinatura:

E-mail: niveafroes@gmail.com

FOLHA DE APROVAÇÃO

Salgado NRGF. Influência do pré-aquecimento e de diferentes regimes de fotoativação na adaptação marginal, grau de conversão e propriedades mecânicas de um compósito nanoparticulado [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2008.

São Paulo, / /2008

Banca Examinadora

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

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

Titulação: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

Ao meu marido e à minha família, por alimentarem diariamente minha alma através do amor...

"Há um tempo em que é preciso
abandonar as roupas usadas,
que já tem a forma do nosso corpo,
e esquecer os nossos caminhos,
que nos levam sempre aos mesmos lugares.
É o tempo da travessia:
e, se não ousarmos fazê-la,
teremos ficado, para sempre,
à margem de nós mesmos."

Fernando Pessoa

AGRADECIMENTOS

Agradeço a Deus, pela oportunidade de trilhar este caminho que chamamos de vida... Pela possibilidade de aprendizado incessante, e pela liberdade traduzida pelo livre-arbítrio. Obrigada por sua compreensão infinita e por sua bondade suprema.

Agradeço ao meu marido, Felipe, que durante esses quase três anos de casamento demonstrou em cada ato, em cada olhar, em cada palavra, seu amor e seu carinho. Obrigada por me incentivar em todos os momentos, obrigada pela paciência e pelo seu sorriso ao abrir a porta de nossa casa. Obrigada por me amar com todas as minhas qualidades e defeitos e por me estimular a ser um ser humano cada vez melhor. Amo você, do fundo do meu coração!

Agradeço aos meus pais, Sérgio e Vânia, por seu amor incondicional, por serem um porto seguro em todas as horas. Obrigada, pai, por seu exemplo de integridade e pela pureza do seu coração. Obrigada, mãe, por seu exemplo de força e generosidade, por me ensinar a olhar todos os seres humanos como irmãos. Obrigada também à minha Mãe Preta, que, de um campo florido de papoulas, nos guarda e nos protege...

Obrigada às minhas irmãs, Marjorie e Monique, por mostrarem que embora tão diferentes, somos tão parecidas... Simplesmente porque nossos corações batem em sincronia, de modo que nem distância nem tempo interferem neste sentimento de amor fraternal que nos une. Vocês são lindas!

Agradeço ao meu orientador, Carlos Francci, por todos esses sete anos de convivência e de ensinamentos. Houve um tempo em que eu era apenas uma aluna de iniciação científica, prestes a terminar a faculdade, e naquele momento você acreditou em mim... E aí veio o mestrado, o doutorado, e se hoje eu posso dizer que sei algumas coisas sobre compósitos e fotoativação, sobre como ministrar uma aula e fazer pesquisa, e sobretudo sobre como ensinar com respeito, isso eu devo a você. Obrigada pela sua confiança no meu trabalho!

Obrigada, queridas amigas Carla e Carmem, por terem tornado as noites de graduação do noturno tão divertidas! Obrigada pela amizade, pelo ombro amigo nas horas de sufoco e pela alegria nos momentos de conquista!

Agradeço ao grupo que atuou diretamente na realização da minha tese: Mauricio, Lilyan e Luciana. Certamente um pouco de vocês está nestas páginas! Obrigada pela atitude sempre solícita e pela boa vontade, pelas horas gastas ajudando-me a concretizar este trabalho! Obrigada também ao amigo Breno, que tanto me ajudou com as fotos desta tese.

Agradeço ao Professor Yoshio Kawano, pelas portas abertas no Instituto de Química e por sua prontidão em ajudar. Obrigada pelas conversas sobre polímeros e sobre peixes, sobre espectroscopia e a vida!

Agradeço à Professora Rosa, por sua dedicação à pós-graduação. Durante um ano, como representante discente, tive a oportunidade de ver de perto todo o seu carinho

conosco, suas crianças, e o amor com que coordena o programa de pós-graduação do departamento. Obrigada por lutar pelo nosso sucesso!

Obrigada aos professores convidados para meu exame de qualificação, Marcelo Giannini e Roberto Braga, por me nortarem na conclusão deste trabalho. Foi um momento de extremo aprendizado e eu agradeço muitíssimo pela disposição em dividirem comigo uma parte do conhecimento de vocês!

Agradeço aos professores do departamento, todos sem exceção, porque em algum momento contribuíram para minha formação, seja durante a graduação ou na pós, em momentos de convivência fora do departamento ou na sala de aula. Obrigada em especial ao Professor Muench, meu mestre em estatística, que reserva para nós, todos os dias, um simpático sorriso de bom dia!

Agradeço aos colegas de pós-graduação, e seria difícil citar todos os que encontrei pelo caminho! Saibam que de cada um eu levarei uma lembrança, uma conversa, uma risada... Espero nos encontrarmos nos bailes da vida, para matarmos a saudade de uma das melhores épocas de nossas vidas!

Agradeço aos funcionários do departamento: Rosinha, Antonio, Silvio e Mirtes, pelo auxílio e pelo carinho despendidos diariamente! O que seria de nós sem vocês?

Agradeço finalmente à CAPES, pelo auxílio financeiro para a realização deste trabalho.

Salgado NRGF. Influência do pré-aquecimento e de diferentes regimes de fotoativação na adaptação marginal, grau de conversão e propriedades mecânicas de um compósito nanoparticulado [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2008.

RESUMO

Proposição: O objetivo deste estudo foi verificar a influência do pré-aquecimento e de regimes de fotoativação (dois contínuos e um em dois passos com baixa irradiância inicial) sobre a adaptação marginal de restaurações, grau de conversão (GC), resistência à flexão (RF) e microdureza Knoop (KHN) de um compósito.

Material e Métodos: O nanocompósito Filtek Z350 foi submetido às seguintes condições experimentais: com ou sem pré-aquecimento a 68°C através do dispositivo Calset™; e fotoativado através de um dos três regimes a seguir: 600mW/cm² por 20s ou 40s (12 ou 24J/cm² respectivamente) ou 200mW/cm² por 20s + intervalo de 1 minuto + 500mW/cm² por 40s (24J/cm²). O teste de adaptação marginal foi realizado através de microscopia eletrônica de varredura, com a mensuração de *gaps* em réplicas de cavidades Classe V (n=10) em aumento de 200X. A interface adesiva foi dividida em sete segmentos para o cálculo de frequência de *gaps*. GC foi obtido através de espectroscopia em FT-Raman nas faces irradiada e oposta de espécimes (n=3) mantidos durante 24h em ambiente escuro a 37°C. RF do compósito foi medida por ensaio de dobramento em três pontos em espécimes (n=10) armazenados em água destilada por 24h. KHN foi mensurada inicialmente (n=6) após 24h de estocagem a seco. Foi realizada armazenagem em etanol 100%, seguida de segunda medida para o cálculo da

redução percentual de KHN. Os resultados foram analisados através de análise de variância e teste de Tukey ($\alpha=0,05$) para os testes de GC, RF e KHN e com os testes de Friedman, Wilcoxon e Kruskal-Wallis para a adaptação marginal.

Resultados: As paredes axiais das restaurações apresentaram maior freqüência de *gaps* quando comparadas às laterais. O pré-aquecimento do compósito reduziu a freqüência de *gaps*. Os regimes de fotoativação demonstraram freqüência de *gaps* semelhantes entre si. No teste de GC apenas o fator face foi estatisticamente significativo ($p<0,05$), com maiores valores médios para as faces irradiadas. O regime de ativação em dois passos causou redução ($p<0,01$) dos valores médios de RF. No teste de KHN após 24h tanto os fatores principais como a interação apresentaram-se estatisticamente significativos ($p<0,05$ para modo de fotoativação, $p<0,001$ para pré-aquecimento e $p<0,05$ para a interação). Os grupos pré-aquecidos demonstraram em geral menores médias de KHN do que aqueles sem aquecimento. Comparando-se os grupos sem pré-aquecimento, não houve diferença em função do modo de fotoativação. Entre os grupos pré-aquecidos, houve diminuição de KHN para 600mW/cm^2 por 20s. Na KHN após etanol apenas o fator pré-aquecimento foi significativo ($p<0,001$), com as menores médias apresentadas pelos grupos pré-aquecidos. A redução percentual da KHN após armazenamento em etanol ocorreu de forma uniforme para todos os grupos.

Conclusões: O pré-aquecimento do compósito estudado promoveu melhor vedamento da interface adesiva sem, no entanto, afetar seu grau de conversão e resistência à flexão. O regime de fotoativação com baixa irradiância inicial reduziu a resistência à flexão do compósito, apesar de produzir grau de conversão similar ao de formas contínuas. O pré-aquecimento pode reduzir a microdureza da superfície irradiada de um compósito.

Palavras-Chave: Resinas compostas; Adaptação marginal; Grau de conversão;
Propriedades mecânicas

Salgado NRGF. Influence of preheating and different photoactivation modes on marginal adaptation, degree of conversion and mechanical properties of a nanofiller composite [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2008.

ABSTRACT

Proposition: The objective of this study was to verify the influence of preheating and photoactivation modes (two continuous and one in two steps with a low initial irradiance) on restoration marginal adaptation, degree of conversion (DC), flexural strength (FS) and Knoop microhardness (KHN) of a composite. *Material and Methods:* The nanocomposite Filtek Z350 was evaluated under the following experimental conditions: pre-heated up to 68°C with the use of Calset™ device or without preheating; and photoactivated through one of the three regimens: 600mW/cm² for 20s or 40s (12 and 24J/cm² respectively) and one in two steps (200mW/cm² for 20s + 1 minute delay + 500mW/cm² for 40s (24J/cm²). Marginal adaptation test was performed by scanning electron microscopy, measuring gaps in Class V replica (n=10) under 200X magnification. The adhesive interface was segmented in seven parts for gaps frequency calculus. DC was obtained by FT-Raman spectroscopy in irradiated and non-irradiated surfaces (n=3) of samples stored in dark for 24h at 37°C . FS was evaluated in a three-bending test in samples (n=10) after 24h storage in distilled water. KHN was measured (n=6) initially after 24h dark and dry storage. After that, samples were stored in 100% ethanol and KHN percentual reduction calculated. Results were analysed by ANOVA and Tukey's test ($\alpha=0.05$) DC, FS and KHN and with Friedman, Wilcoxon and Kruskal-Wallis tests for marginal adaptation. *Results:* Axial walls of the restorations showed higher gaps

frequency than lateral walls. Composite preheating led to a lower gap frequency. Photoactivation modes demonstrated similar gap frequency. In DC test only the main factor surface was significant ($p < 0.05$), with higher mean values for irradiated surfaces. The two-step regimen reduced ($p < 0.01$) mean FS values. About KHN after 24h, both main factors and their interaction were significant ($p < 0.05$ for photoactivation mode, $p < 0.001$ for pre-heating use and $p < 0.05$ for interaction). Generally pre-heated groups showed lower KHN means than non-preheated. Comparing non-preheated groups there was no statistical difference regardless of the photoactivation mode. In preheated groups, KHN mean for 600mW/cm^2 during 20s was lower than means for other irradiation regimens. In KHN after ethanol, the main factor pre-heating was significant ($p < 0.001$). Preheated groups showed lower means than non-preheated. KHN percentage reduction after ethanol storage occurred in a uniform way for all groups. *Conclusions:* Preheating of the nanocomposite in study promoted a better adhesive interface sealing without compromising the degree of conversion and flexural strength. The photoactivation method that uses a low initial irradiance reduced composite flexural strength in spite of the similar degree of conversion being reached, compared to continuous modes. Pre-heating can reduce irradiated surface microhardness.

Keywords: Resin composites; Marginal adaptation; Degree of conversion; Mechanical properties

SUMÁRIO

	p.
1 INTRODUÇÃO	13
2 REVISÃO DA LITERATURA	16
2.1 Cinética de polimerização.....	16
2.2 Métodos "soft-start", adaptação marginal, grau de conversão e propriedades mecânicas	22
2.3 Dose de energia, grau de conversão e propriedades mecânicas	26
2.4 Pré-aquecimento: técnica e aspectos clínicos.....	28
3 PROPOSIÇÃO	30
4 MATERIAL E MÉTODOS	32
4.1 Delineamento experimental	32
4.2 Teste de Adaptação Marginal	35
4.3 Análise do Grau de Conversão	38
4.4 Teste de Resistência à Flexão.....	41
4.5 Teste de Dureza Knoop – Estimativa do Grau de Ligações Cruzadas	43
5 RESULTADOS	46
5.1 Adaptação Marginal	46
5.2 Grau de Conversão	49
5.3 Resistência à Flexão.....	50
5.4 Dureza Knoop – Estimativa do Grau de Ligações Cruzadas	51
5.5 Outras considerações	53
6 DISCUSSÃO	54
7 CONCLUSÕES	67
REFERÊNCIAS	69

1 INTRODUÇÃO

O grau de conversão de um compósito restaurador apresenta grande influência sobre os principais fatores que determinam a longevidade de uma restauração: integridade da interface adesiva estabelecida através de retenção micromecânica e propriedades mecânicas do material para resistir aos esforços mastigatórios. Como a magnitude da contração volumétrica do compósito depende da aproximação dos monômeros constituintes da matriz para formação do polímero (ANUSAVICE, 2005), pode-se afirmar que um maior grau de conversão gera uma maior contração de polimerização (DEWAELE et al., 2006), o que é crítico para um compósito confinado na cavidade restauradora. Dessa forma, surgem tensões de contração que podem superar a força de união promovida pelos sistemas adesivos, produzindo assim descolamentos da interface, microinfiltração e perda da restauração (DAVIDSON; DE GEE, FEILZER, 1984; IRIE; SUZUKI; WATTS, 2002; JORGENSEN; ASMUSSEN; SHIMOKOBE, 1975). Por outro lado, um elevado grau de conversão resulta em resistência mecânica elevada, visto que propriedades como resistência à flexão e dureza do compósito dependem não só da proporção carga-matriz utilizada na composição do material, como também da formação de uma intrincada rede polimérica (FERRACANE, 1985; FERRACANE; GREENER, 1986; CALHEIROS et al., 2008).

Em temperatura ambiente, um compósito restaurador não alcança 100% de conversão. Conforme a reação de polimerização se processa, o material tem sua viscosidade aumentada e há uma diminuição da mobilidade dos monômeros dentro da matriz (ANDRZEJEWSKA, 2001). Assim, moléculas ainda não reagidas têm seu

encontro dificultado com os radicais livres. Idealmente, uma técnica que permita ao compósito manter-se menos viscoso por mais tempo poderia promover o aumento de seu grau de conversão ao mesmo tempo em que auxiliaria na melhor adaptação do compósito à cavidade restauradora. Com essa abordagem, foi desenvolvido em 2003 o dispositivo Calset™ para o pré-aquecimento de compósitos até a temperatura de 68°C (FREEDMAN, 2003; FREEDMAN; KREJCI, 2004).

Como demonstrado na literatura, o aumento da temperatura do compósito promove a redução de sua viscosidade inicial (BLALOCK; HOMES; RUEGGEBERG, 2006), bem como o aumento do seu grau de conversão. Como a taxa máxima de conversão é aumentada sem que haja alteração no tempo decorrido até sua ocorrência, a reação de polimerização se processa por um período maior até que se alcance o ponto de vitrificação (DARONCH et al., 2006b), com maior possibilidade de relaxamento das tensões induzidas durante a fotoativação do compósito. O aumento da mobilidade molecular decorrente do pré-aquecimento permitiria também a irradiação por um tempo muito mais reduzido (até 75%), sem prejuízos ao grau de conversão (DARONCH; RUEGGEBERG; DE GOES, 2005). Entretanto, um ponto em comum nos trabalhos que relatam o aumento do grau de conversão com a elevação da temperatura é a condição isotérmica de polimerização, ou seja, a manutenção da temperatura durante a fotoativação do compósito. Esta condição obviamente não representa a realidade da prática clínica, já que há perda de calor do material para o ambiente em função do processo de equilíbrio térmico.

Outro método utilizado com o objetivo de aliar um grau de conversão elevado com uma maior integridade da interface adesiva é a variação da técnica de fotoativação do compósito (DAVIDSON-KABAN et al., 1997; ERNST et al., 2003; GORACCI; MORI; CASA DE MARTINIS, 1996; KORAN; KURSCHNER, 1998; UNO;

ASMUSSEN, 1991). Regimes alternativos de fotoativação comumente chamados de "soft-start" são caracterizados por uma fase de irradiação inicial com baixa irradiância, que tem por função permitir um maior escoamento do compósito no início da reação de polimerização, com maior liberação de tensões (MEHL; HICKEL; KUNZELMANN, 1997). Associado a isso, uma segunda etapa de fotoativação com alta irradiância garantiria a obtenção de uma conversão alta o suficiente para promover propriedades mecânicas elevadas ao compósito (YAP; NG; SIOW, 2001). Embora inúmeros trabalhos tenham sido realizados para elucidar a influência das técnicas "soft-start" sobre propriedades dos compósitos, ainda restam muitos pontos de vista conflitantes, principalmente quanto a sua eficiência em promover um melhor vedamento marginal à restauração.

Diante do exposto, o estudo de ambas as estratégias citadas, uso de pré-aquecimento e variação do regime de fotoativação, pode trazer à luz importantes respostas relacionadas à longevidade de uma restauração de compósito e ainda não exploradas pela literatura. Entre elas estão: a influência do pré-aquecimento em condições não-isotérmicas sobre o grau de conversão de um compósito, as propriedades mecânicas e a adaptação marginal resultantes do aumento da temperatura e a associação do pré-aquecimento ao regime de fotoativação em duas etapas, ou seja, duas técnicas que têm como fundamento a alteração da cinética da reação de polimerização.

2 REVISÃO DA LITERATURA

2.1 Cinética de polimerização

A polimerização dos compósitos odontológicos fotoativados ocorre pela quebra de duplas ligações carbônicas alifáticas e união dos monômeros que as contêm em uma intrincada rede polimérica tridimensional. Após a fase de iniciação da reação, na qual a luz sensibiliza uma dicetona associada a um agente redutor para a formação de um radical livre (COOK, 1992), a propagação se dá pelo ataque dos radicais aos monômeros disponíveis, de forma a promover o aumento da cadeia polimérica, ligações cruzadas ou ciclizações (ANDRZEJEWSKA, 2001; ELLIOT; LOVELL; BOWMAN, 2001). Como última etapa da reação de polimerização tem-se a terminação, que pode ser do tipo bimolecular, quando um polímero inativo é gerado na interação de dois macrorradicais, ou por transferência de cadeia, na qual um novo radical livre é formado (ANUSAVICE, 2005).

No início da reação de polimerização o compósito apresenta-se como um material pouco viscoso, onde a disponibilidade de radicais livres e de monômeros para se ligarem à cadeia polimérica é grande. Assim, diz-se que a propagação da reação é controlada apenas pela própria reação química (ANDRZEJEWSKA, 2001). Já a terminação é difuso-controlada, pois depende da aproximação e encontro de dois macrorradicais pelo processo de difusão (COOK, 1993), o que nesse momento da reação ocorre em uma taxa (K_t) muito menor do que a da propagação (K_p) (ANDRZEJEWSKA, 2001). Considerando-se que a razão entre K_p e K_t expressa a

taxa da reação (R_p), pode-se afirmar que durante o início da polimerização há um aumento abrupto em R_p , fenômeno que recebe o nome de autoaceleração (ANDRZEJEWSKA, 2001; DICKENS et al., 2003; WATTS, 2005).

A taxa da reação aumenta ao longo do tempo, apesar da redução da concentração de monômeros disponíveis no compósito, até o momento em que cai vertiginosamente. O pico da taxa de reação é chamado de taxa máxima de conversão ou de polimerização (R_p^{\max}), e demarca de forma sensível o ponto em que há uma igualdade entre K_p e K_t , seguido pela inversão de magnitude das taxas. Com o aumento e intrincamento da cadeia polimérica, o processo de terminação é facilitado, passando de difuso-controlado para "reaction-diffusion-controlled" (ANDRZEJEWSKA, 2001; COOK, 1993). Ao mesmo tempo, o fenômeno da propagação passa a ser difuso-controlado, ou seja, limitado pela crescente viscosidade do material, que dificulta o encontro entre os monômeros não reagidos, cada vez menos disponíveis. Ao decréscimo da taxa de reação dá-se o nome de autodesaceleração (ANDRZEJEWSKA, 2001), que prossegue até o momento em que a reação pára, sem que todos os monômeros se encontrem unidos à rede polimérica (NIE et al., 1998). O fator mais importante na determinação do término da reação e encapsulamento dos monômeros residuais na massa de polímero é o aumento da viscosidade do compósito, que impossibilita a movimentação dos grupamentos metacrilatos remanescentes (ANDRZEJEWSKA, 2001; WATTS, 2005).

2.1.1 Influência do pré-aquecimento

Sabe-se que a cinética da reação de polimerização dos compósitos à base de dimetacrilatos, como os de uso odontológico, pode sofrer a influência de diversos

fatores, dentre os quais está a temperatura (LECAMP et al., 1997; LOVELL; NEWMAN; BOWMAN, 1999; LOVELL et al., 2001; WATTS; AL HINDI, 1999). Quando um compósito aquecido é fotoativado, a difusão das moléculas em seu interior é mais intensa, facilitando a colisão entre as moléculas reativas: radicais livres e monômeros não reagidos (ANDREZEJEWSKA, 2001; DARONCH; RUEGGERBERG; DE GOES, 2005). Como demonstrado por Daronch et al. (2006b), o pré-aquecimento de uma resina composta a 60°C provoca aumento da taxa máxima de polimerização (R_p^{\max}) e do grau de conversão manifestado na R_p^{\max} . Isso significa que, com o aquecimento, a propagação da reação de polimerização é ainda mais facilitada durante a etapa de autoaceleração, o que leva a uma maior porcentagem de moléculas de monômero unidas à cadeia polimérica neste momento da reação. Neste mesmo trabalho os autores mostram que a conversão final atingida pelo compósito também é maior quando o pré-aquecimento é realizado, o que está de acordo com os achados de Trujillo, Newman e Stansbury (2004).

O aumento do grau de conversão do compósito (no caso, o pré-aquecido) leva inevitavelmente a uma contração de polimerização de maior magnitude (DEWAELE et al., 2006; ELHEJAZI, 2006; RUEGGERBERG; TAMARESELVY, 1995). Entretanto, isso não resulta necessariamente no desenvolvimento de tensões mais elevadas, que poderiam prejudicar a integridade da interface adesiva. Como a elevação da temperatura leva a uma maior R_p^{\max} , mas não interfere no tempo decorrido entre o início da reação e a sua ocorrência (t_{\max}), o compósito ainda apresenta a possibilidade de escoar para liberar parte dessas tensões. Além disso, o ponto de vitrificação, ou seja, o momento que marca a transição líquido-sólido e o limite da capacidade de escoamento, também não é alterado (DARONCH et al., 2006b).

Nos poucos trabalhos publicados na literatura que tratam da relação entre pré-aquecimento e integridade marginal da restauração, não existem relatos que sugiram maiores descolamentos da interface adesiva pela maior contração de polimerização decorrente do aumento do grau de conversão (AKSU et al., 2004; WAGNER et al., 2008). Ao contrário, acredita-se que o aumento da temperatura do compósito possa melhorar a adaptação entre resina composta e estrutura dental (FREEDMAN, 2003). Como a viscosidade do compósito aquecido é menor do que a do mesmo material em temperatura ambiente (25°C), é possível que ocorra um melhor acomodamento do material, principalmente em regiões de preenchimento crítico como os ângulos da cavidade. Blalock, Holmes e Rueggeberg (2006) avaliaram 5 compósitos "flowable" e 7 convencionais quanto à espessura de película nas temperaturas de 23°C, 50°C e 60°C, encontrando variações de até 77% entre a temperatura de maior aquecimento e a ambiente. Mesmo nas resinas compostas com maior redução da espessura de película, o comportamento dos compósitos convencionais não se aproximou daquele apresentado pelas resinas "flowable". Aksu et al. (2004) obtiveram menor microinfiltração na margem cervical de cavidades Classe II com o compósito pré-aquecido. Contudo, não existe ainda consenso sobre a melhora da adaptação marginal com o pré-aquecimento, visto que Trushkowsky e Burgess (2004) não encontraram diferenças estatisticamente significativas na microinfiltração de cavidades proximais de dentes posteriores.

2.1.2 Influência do regime de fotoativação

A variação do regime de fotoativação de um compósito é uma das formas mais usadas para alterar a taxa de reação durante a polimerização (D'ALPINO et al.,

2007; NEVES et al., 2005; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999; WATTS, 2005). Sabe-se que isso está diretamente relacionado às etapas de iniciação e propagação da reação. Quando a irradiância utilizada para dar início à polimerização é baixa, uma menor quantidade de fótons é emitida pela fonte de luz, o que resulta em um pequeno número de centros de radicais livres, responsáveis pela propagação da reação. Como a distância entre os radicais é grande quando poucos deles são gerados, as cadeias poliméricas formadas são em sua maioria longas e lineares (EMAMI; SÖDERHOLM; BERGLUND, 2003). As ligações cruzadas só se estabelecerão no encontro de cadeias em crescimento que se tornaram suficientemente próximas. Devido ao baixo número de radicais livres formados, a taxa da reação de polimerização é também reduzida, bem como a taxa de desenvolvimento de tensões (PFEIFER, 2007). Isso significa que o compósito tem sua viscosidade aumentada de forma mais gradual, permitindo que o material libere parte das tensões geradas pela contração de polimerização através de escoamento viscoso (DAVIDSON; DE GEE, 1984). Por muito tempo, relacionou-se o limite da possibilidade de relaxamento das tensões ao ponto gel do material, quando na verdade o ponto em questão a se estabelecer é o de vitrificação. Aqui, faz-se pertinente a diferenciação entre as terminologias, a fim de melhor elucidar o processo de cura do compósito.

Chama-se de ponto gel ao aparecimento de uma fração polimérica insolúvel que se caracteriza por uma rede estrutural contínua a englobar macroscopicamente toda a dimensão do corpo (STANSBURY et al., 2005). Seu estabelecimento é conversão-dependente (COOK et al., 1997), e seria de se esperar que fosse alcançado em conversões próximas a 1% (ANDRZEJEWSKA, 2001; JANCAR; WANG; DIBENEDETTO, 2000). Entretanto, sua ocorrência se dá geralmente quando

o compósito alcança conversão aproximada de 5%, pois algumas das ligações formadas durante a propagação da cadeia acontecem na forma de ciclização e não de ligações cruzadas (VERSLUIS; TANTBIROJN, DOUGLAS, 1998). Na linha do tempo, o ponto gel ocorre em uma fase muito inicial da reação (COOK et al., 1997), e mesmo após seu aparecimento o compósito ainda é capaz de liberar tensões de polimerização. Já o ponto de vitrificação corresponde ao momento em que a temperatura de transição vítrea do compósito atinge a temperatura efetiva de cura (LANGE et al., 2000). Assim, o compósito passa a ser realmente sólido, e sua capacidade de deformação viscosa deixa de existir (NIE et al., 1998). É importante salientar que o ponto de vitrificação não é atingido de modo instantâneo, já que o compósito é heterogêneo e no seu interior existem fases com diferentes graus de polimerização (STANSBURY et al., 2005).

Quando, no entanto, uma alta irradiância é utilizada desde o início da reação a taxa de polimerização é aumentada (EMAMI; SODERHÖLM; BERGLUND, 2003). Assim, o compósito se mostra rapidamente com uma alta viscosidade, reduzindo-se as chances para a liberação de tensões. Além disso, com altas taxas de polimerização são esperadas cadeias poliméricas curtas e com alto grau de ligação cruzada (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2001; DEB; SEHMI, 2003).

2.2 Métodos "soft-start", adaptação marginal, grau de conversão e propriedades mecânicas

Com a utilização de baixa irradiância na fase inicial de fotoativação de um compósito, reduz-se a velocidade da reação de polimerização, com ganho de tempo para a acomodação da massa sem prejuízos à interface adesiva (DAVIDSON-KABAN et al., 1997; HOFMANN et al., 2003; SAKAGUCHI; BERGE, 1998; UNO; ASMUSSEN, 1991; WATTS; AL HINDI, 1999). Este é o princípio dos chamados métodos "soft-start" (MEHL; HICKEL; KUNZELMANN, 1997), que aliam a modulação da cinética de polimerização a uma segunda fase de irradiação com alta dose de energia, para garantir elevadas propriedades mecânicas ao material (KORAN; KURSCHNER, 1998; RUEGGERBERG et al., 1993; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CURTIS, 1994). Dessa forma, um grau de conversão semelhante ao obtido com altas irradiâncias fornecidas de forma contínua é promovido, desde que utilizada a mesma dose de energia final (EMAMI; SÖDERHOLM, 2003).

Embora o uso de técnicas "soft-start" tenha sido extremamente difundido para a redução da tensão de polimerização (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG, 2000; ERNST et al., 2003; KORAN; KURSCHNER, 1998; LIM et al., 2002; SILIKAS; ELIADES; WATTS, 2000; WATTS; AL HINDI, 1999), não há consenso na literatura sobre sua real eficiência em promover uma melhor adaptação marginal à restauração. No trabalho de Mehl, Hickel e Kunzelmann (1997), os autores utilizaram uma irradiância padrão de 450mW/cm^2 para a fotoativação dos compósitos. Com a variação da distância da fonte de luz, obtiveram redução desta irradiância para valores que correspondiam de 13 a 80% da inicial, para a avaliação da porcentagem

de *gaps* ao longo da interface adesiva de cavidades Classe V. Os autores concluíram que quando se utilizaram 56% e 70% do valor da irradiância de referência (portanto 252mW/cm^2 e 315mW/cm^2 , respectivamente) houve uma diminuição de 25 e 5% de *gaps* na interface dente-restauração. Nesse mesmo estudo, concluiu-se que nessas mesmas condições houve uma manutenção da resistência à flexão e microdureza do compósito, o que sugere um mesmo grau de conversão final obtido. Davidson-Kaban et al. (1997) também encontraram melhora substancial da integridade marginal com irradiância inicial de 175mW/cm^2 por 10 segundos quando comparada à produzida por uma irradiação com 700mW/cm^2 . Resultados semelhantes foram obtidos por Obici et al. (2002) ao observarem menor porcentagem linear de descolamentos de interface para regime de fotoativação em passos. Kanca 3rd e Suh (1999) fizeram uma importante observação sobre o aumento da adaptação marginal promovida pelos métodos "soft-start", já que notaram a interferência não só da magnitude da irradiância inicial como também do seu tempo de duração. Assim, os autores encontraram valores de microinfiltração menores para uma etapa inicial de irradiação com 300mW/cm^2 por 2 segundos (técnica em pulso) em comparação aos produzidos com 100mW/cm^2 durante 40 segundos. De forma oposta, Amaral et al. (2004) compararam métodos "soft-start" com um regime de irradiância contínua e não encontraram diferenças estatisticamente significativas nos valores de microinfiltração ou na formação de *gaps* observada em microscopia eletrônica de varredura. Os autores avaliaram duas técnicas em passos (75mW/cm^2 por 10 segundos + 560mW/cm^2 por 30 segundos; 190mW/cm^2 por 10 segundos + 560mW/cm^2 por 30 segundos) e uma técnica em pulso (chamada de "pulse-delay", pois houve intervalo de 5 minutos entre as duas etapas) com 300mW/cm^2 por 3 segundos seguido por 560mW/cm^2 por 30 segundos.

Trabalhos mais recentes (CUNHA et al., 2007; PFEIFER; BRAGA; FERRACANE, 2006) sugerem que para que o regime "soft-start" seja eficiente em reduzir as tensões decorrentes da contração de polimerização, o conjunto irradiância-tempo deve ser levado em consideração. Em outras palavras, a dose de energia da primeira etapa de fotoativação seria o fator determinante do comportamento da técnica na modulação da cinética de polimerização.

Se a dúvida em relação ao papel dos regimes "soft-start" na melhora da adaptação marginal persiste, parece não haver discordância no grau de conversão final produzido, tanto para as técnicas em passos (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG; BOYER, 2000; KORAN; KURSCHNER, 1998; YAP; NG; SIOW, 2001), em rampa (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG, 2000) ou em pulso (CUNHA et al., 2007; WITZEL et al., 2005). Assim, o grau de conversão alcançado por essas técnicas é similar ao obtido com regimes contínuos de fotoativação a altas irradiâncias, desde que a dose de energia fornecida ao compósito no final das duas etapas corresponda àquela dada de forma ininterrupta (EMAMI; SÖDERHOLM, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002).

Como o grau de conversão obtido através de técnicas "soft-start" corresponde ao produzido pelas irradiações contínuas, é esperado que o comportamento mecânico promovido também seja semelhante, já que muitos trabalhos relatam uma correlação positiva entre conversão e propriedades físico-químicas dos compósitos (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG; WILSON, 2004; FERRACANE, 1985; FERRACANE; GREENER, 1986; FERRACANE et al., 1997; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999). De fato, estudos que avaliaram a influência dos métodos "soft-start" na microdureza e na resistência à flexão não encontraram diferenças nos valores produzidos pelos regimes de fotoativação com irradiância

inicial baixa e os de alta irradiância contínua (GONÇALVES et al., 2007; WITZEL et al., 2005; YAP; NG; SIOW, 2001). Entretanto, existem relatos na literatura de que compósitos submetidos a protocolos "soft-start" apresentariam maior susceptibilidade à degradação em etanol (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2001; ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003; SOH; YAP, 2004), que é uma maneira indireta de se obter o grau de ligação cruzada do compósito. Assim, mensura-se a microdureza antes e após o armazenamento em etanol com concentrações que variam de 75% a 100%, calculando-se em seguida a redução percentual dos valores de KHN (SCHNEIDER et al., 2008). Como o compósito com alto grau de ligação cruzada apresenta volume livre reduzido na rede polimérica, bem como ligações covalentes entre cadeias que as mantêm próximas, haveria menor espaço para a difusão das moléculas de solvente em seu interior; portanto, sua susceptibilidade à degradação seria reduzida (FERRACANE, 2006). De forma contrária, compósitos lineares e com menor grau de ligações cruzadas, como os formados quando do uso de baixa irradiância inicial, seriam degradados em maior grau, o que levaria à maior redução percentual dos valores de microdureza.

2.3 Dose de energia, grau de conversão e propriedades mecânicas

A relação entre dose de energia e grau de conversão ocorre inicialmente de forma linear, até que, acima de um determinado ponto, ocorre uma tendência de estagnação na conversão, apesar do uso de doses mais elevadas (CHEN; FERRACANE; PRAHL, 2005; EMAMI; SÖDERHOLM, 2003). Assim, não é correto submeter o compósito a doses extremamente elevadas, que demandariam o uso de uma irradiância alta (que resultaria em alta tensão de contração) ou de tempos de irradiação excessivamente longos.

Diversos autores na literatura tentaram estabelecer a mínima dose de energia que garantiria um alto grau de conversão, e conseqüentemente propriedades mecânicas elevadas. Yoon et al. (2002) não obtiveram diferenças estatisticamente significativas na conversão quando do uso de 8 e 16J/cm² para camadas de compósito com 2mm de espessura. Calheiros et al. (2006) não encontraram diferenças no grau de conversão mensurado após 24 horas da fotoativação com doses de energia de 6, 12, 24 e 36J/cm²; entretanto, a espessura do compósito era de apenas 1mm. Neste mesmo estudo os autores observaram que apesar da ausência de diferenças na conversão, a resistência à flexão do compósito aumentou sensivelmente entre 6 e 24J/cm² e a microdureza variou entre todos os níveis de dose, com exceção de 12 e 24J/cm². Em um trabalho mais recente, Calheiros et al. (2008) variaram a dose de energia entre 3 e 48J/cm² em uma espessura de 2mm de compósito. Desta vez, o grau de conversão em profundidade e a microdureza da face irradiada foram estatisticamente distintos em cada uma das doses de energia testadas, enquanto a resistência à flexão variou abaixo de 12 e acima de 24J/cm².

Apesar da falta de consenso sobre o efeito de doses mais baixas, a dose de $24\text{J}/\text{cm}^2$ é tida como segura para garantir conversão e propriedades mecânicas elevadas, sem que haja comprometimento da interface adesiva (VANDEWALLE et al., 2004).

Se for considerado que a recomendação de grande parte dos fabricantes de compósitos da atualidade é de fotoativação por 20 segundos, e que fotoativadores que proporcionem irradiâncias de 500 a $600\text{mW}/\text{cm}^2$ são considerados adequados para a efetividade de cura (YAP; SENEVIRATNE, 2001), conclui-se que a dose de energia recomendada é de aproximadamente 10 a $12\text{J}/\text{cm}^2$, portanto distante da dose segura. Assim, a comparação entre as doses de 12 e $24\text{J}/\text{cm}^2$ será aqui realizada, por ser considerada de grande valia para o clínico.

2.4 Pré-aquecimento: técnica e aspectos clínicos

A descrição do pré-aquecimento como técnica restauradora para compósitos está associada ao desenvolvimento do dispositivo Calset™ (FRIEDMAN, 2001; TRUSHKOWSKY, 2002), um aquecedor capaz de elevar a temperatura de materiais a três níveis pré-programados: 37°C, 54°C e 68°C. Enquanto a temperatura mais baixa é utilizada para o aquecimento de anestésicos à temperatura corpórea, as outras duas programações são usadas principalmente para compósitos restauradores. Neste último caso, o pré-aquecimento teria como objetivos a redução da viscosidade do material para melhor adaptação à cavidade restauradora, aumento do grau de conversão e otimização das propriedades mecânicas do compósito (AWLYIA, 2007; FREEDMAN, 2003; FREEDMAN; KREJCI, 2004). Além disso, seria possível reduzir-se o tempo de fotoativação em até 50% mantendo-se as mesmas propriedades da resina sem qualquer tratamento (DARONCH; RUEGGERBERG; DE GOES, 2005).

Embora todas essas vantagens sejam relacionadas à técnica de pré-aquecimento, os principais trabalhos usados para embasá-la cientificamente não simulam condições reais da prática clínica, sobretudo quanto ao controle de temperatura (DARONCH; RUEGGERBERG; DE GOES, 2005; TRUJILLO, NEWMAN, STANSBURY, 2004). Assim, os estudos foram conduzidos em situação de isoterminia, diferentemente do que ocorreria durante o procedimento restaurador, no qual haveria redução da temperatura do compósito devido ao equilíbrio térmico estabelecido com o meio bucal. Já com esse novo enfoque, Daronch et al. (2006a) determinaram a perda de temperatura dos compósitos Esthet-X e Herculite XRV

após aquecimento a 54 e 60°C, obtendo curvas de resfriamento muito semelhantes. Após 2 minutos, a temperatura dos compósitos havia sido perdida em 50% e após 5 minutos em quase 90%. Assim, os autores concluíram que para se obter a otimização das propriedades físico-químicas dos compósitos com o pré-aquecimento o operador tem um tempo de trabalho relativamente curto, uma vez que deve inserir o compósito na cavidade, adaptá-lo, dar forma e fotoativá-lo ainda com a resina aquecida. Nesse mesmo estudo observou-se que os dispositivos Calset™ alcançavam temperaturas próximas, mas não exatas, às pré-programadas e que ciclos repetidos de aquecimento não alteravam o grau de conversão do compósito quando eram de fato fotoativadas.

Um outro ponto relevante quanto à técnica de pré-aquecimento é o aumento da temperatura intrapulpar por ela promovida. Sabe-se que a polpa é sensível ao calor produzido durante o preparo cavitário (OZTURK et al., 2004) ou pela reação exotérmica de polimerização de peças protéticas provisórias (LIEU; NGUYEN; PAYANT, 2001; WHALEN; BOUSCHLICHER, 2003), levando ocasionalmente a comprometimento pulpar irreversível (ZACH; COHEN, 1965). Em um trabalho de Daronch et al. (2007), os autores obtiveram curvas de aquecimento pulpar durante a fotoativação de um compósito à temperatura ambiente, aquecido a 54°C e a 60°C através do dispositivo Calset™, concluindo que não houve diferenças estatisticamente significativas entre elas. Apesar do aquecimento realizado pelo dispositivo, a temperatura registrada no momento da inserção do compósito foi de apenas 36°C. Em todos os casos, o aumento máximo da temperatura intrapulpar foi de 5°C, registrado no momento da fotoativação. Portanto, concluiu-se que a técnica de pré-aquecimento é segura no que diz respeito à manutenção da saúde pulpar.

3 PROPOSIÇÃO

O objetivo deste estudo foi avaliar em um compósito comercial nanoparticulado a influência do pré-aquecimento e do regime de fotoativação sobre:

- 3.1** a adaptação marginal da restauração de compósito à cavidade dentária Classe V. Testaram-se as seguintes hipóteses: de que o uso de pré-aquecimento promoveria uma maior integridade da interface adesiva por reduzir a viscosidade do compósito e melhorar sua adaptação às paredes cavitárias; e de que o regime de fotoativação em duas etapas promoveria uma maior integridade da interface adesiva por aumentar o tempo para o escoamento do compósito e liberação das tensões de contração.

- 3.2** o grau de conversão do compósito, avaliando-se tanto a face irradiada, como a oposta (não-irradiada), com 2mm de profundidade. Testaram-se as seguintes hipóteses: de que o grau de conversão seria elevado em ambas as superfícies com o uso do pré-aquecimento, por aumentar a mobilidade monomérica da matriz; e de que o grau de conversão obtido em ambas as superfícies seria semelhante para os três regimes de fotoativação, já que haveria o fornecimento de uma dose mínima de $12\text{J}/\text{cm}^2$.

- 3.3** a resistência à flexão do compósito. Testaram-se as seguintes hipóteses: de que o uso de pré-aquecimento promoveria o aumento da resistência, por elevar o grau de conversão; e de que a resistência à flexão seria semelhante para os

três regimes de fotoativação, devido à semelhança no grau de conversão obtido.

3.4 a microdureza Knoop inicial do compósito (chamada também neste estudo de 24h, devido ao tempo transcorrido entre a fotoativação e a mensuração da KHN). Testaram-se as seguintes hipóteses: de que o compósito pré-aquecido demonstraria valores de microdureza maiores do que o não-aquecido, devido ao maior grau de conversão; e de que a microdureza obtida em 24h seria semelhante nos três regimes de fotoativação, devido à semelhança no grau de conversão.

3.5 a redução percentual da microdureza Knoop nos espécimes após armazenagem em etanol 100%. Testaram-se as seguintes hipóteses: de que o uso de pré-aquecimento não alteraria a redução percentual da microdureza, por não afetar o grau de ligação cruzada do compósito; e de que o regime de fotoativação em duas etapas produziria espécimes com a maior redução percentual dos valores de KHN, por promover a formação de uma rede polimérica com menor grau de ligação cruzada e, portanto, mais susceptível à solubilização em etanol.

4 MATERIAL E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

Para verificar as hipóteses descritas na proposição, este estudo foi delineado de forma a testar uma marca comercial de compósito nanoparticulado, uso ou não de pré-aquecimento e três regimes de fotoativação (Tabela 4.1). Assim, foram realizados os seguintes testes: adaptação marginal através de microscopia eletrônica de varredura, análise do grau de conversão, resistência à flexão e dureza inicial e após imersão em etanol. Este último teste teve como objetivo estimar o grau de ligações cruzadas do compósito submetido às seis diferentes condições experimentais do estudo.

Tabela 4.1 – Grupos experimentais de acordo com o regime de polimerização

Grupo	Irradiância (mW/cm ²)	Tempo de irradiação (s)	Pré-aquecimento	Dose de energia (J/cm ²)
1	600	40	Não	24,0
2	600	40	Sim	24,0
3	600	20	Não	12,0
4	600	20	Sim	12,0
5	Etapa 1: 200 + intervalo de 1 minuto + Etapa 2: 500	Etapa 1: 20 + intervalo de 1 minuto + Etapa 2: 40	Não	24,0
6	Etapa 1: 200 + intervalo de 1 minuto + Etapa 2: 500	Etapa 1: 20 + intervalo de 1 minuto + Etapa 2: 40	Sim	24,0

Em todos os experimentos foi utilizado o compósito Filtek Z350 (3M ESPE) na cor C2. A Tabela 4.2 mostra os materiais resinosos usados no estudo e a composição de cada um deles segundo o fabricante. Todas as amostras foram confeccionadas em ambiente com temperatura controlada por ar condicionado a 25°C.

Tabela 4.2 – Materiais usados no estudo

Material	Fabricante	Composição	Procedimentos de manipulação propostos pelo fabricante	Lote
Filtek Z350	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	BIS-GMA, BIS-EMA, UDMA, TEG-DMA; carga (partículas de sílica/zircônia entre 5 e 20nm, organizadas em “clusters” de 0,6 a 1,4µm): 78,5% em peso ou 59,5% em volume	a) Camadas de até 2mm de espessura; b) Fotoativação por 20s	6 AJ
Adper Single Bond 2	3M ESPE, St. Paul, MN, EUA	BIS-GMA, etanol, água, silano tratado com sílica, 2-hidroxiethylmetacrilato, glicerol 1, 3 dimetacrilato, copolímero de ácido acrílico e ácido itacônico e diuretano dimetacrilato. Carga: 10% em peso de sílica (5nm)	a) Condicionamento ácido por 15 em esmalte e dentina; b) Remoção do excesso de água; c) Aplicação de 2 camadas consecutivas de adesivo; d) Leve secagem para evaporação do solvente; e) Fotopolimerização por 10s	6 FT

Na fotoativação do sistema adesivo (usado apenas no teste de adaptação marginal) e do compósito foi utilizado o fotoativador com lâmpada de quartzo-tungstênio-halogênio Optilux 501 (Demetron/Kerr, Danbury, CT, EUA), com diâmetro da ponta do feixe de fibras ópticas de 11mm. A aferição da irradiância foi feita

regularmente através de um radiômetro (Curing Radiometer, modelo 100P/N 10503, Demetron/Kerr, Danbury, CT, EUA), para verificar a irradiação com $600\text{mW}/\text{cm}^2$. No caso dos grupos fotoativados em duas etapas, o ajuste da irradiância era promovido através do distanciamento da fonte de luz. Para que se obtivesse a irradiância desejada, foram utilizados anéis espaçadores de 2,4mm (para $500\text{mW}/\text{cm}^2$) e 15,1mm (para $200\text{mW}/\text{cm}^2$) de altura e mesmo diâmetro da ponta do fotoativador, que padronizavam a distância entre a fonte de luz e a superfície do compósito. A Figura 4.1 mostra os dispositivos utilizados durante as etapas de fotoativação das amostras.

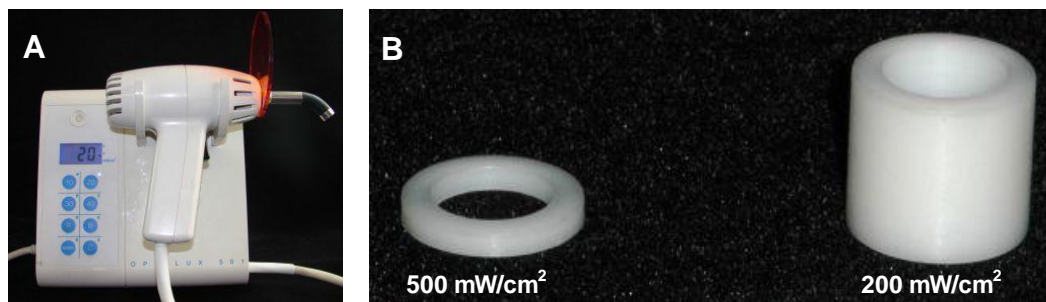


Figura 4.1 - Fotoativação das amostras. A: Fotoativador Optilux 501. B: Espaçadores usados para a obtenção das irradiância de $500\text{mW}/\text{cm}^2$ e $200\text{mW}/\text{cm}^2$

Para os grupos de estudo nos quais foi realizado o pré-aquecimento do compósito, foi utilizado o aparelho Calset™ (AdDent Inc., Danbury, CT, EUA), visto na Figura 4.2. Trata-se de um equipamento com três programações de aquecimento: a 37°C para anestésicos, a 54°C e a 68°C para uso com compósitos e materiais de clareamento dental. Após a estabilização de sua temperatura interna ajustada para a programação de 68°C , que é detectada pelo sensor do próprio aparelho, a resina composta permanecia em seu interior na ausência de luz por um período mínimo de 15 minutos, para garantir a homogeneidade de temperatura em toda a massa. Para

testar o funcionamento do aparelho na temperatura informada pelo fabricante, foram utilizados três termopares para a verificação da temperatura final atingida pelo dispositivo e portanto transferida ao compósito. O tempo médio gasto entre o início da manipulação da resina composta, preenchimento das matrizes usadas nos testes ou da cavidade restauradora (no caso do teste de adaptação marginal) e o momento de sua fotoativação era de aproximadamente 40 segundos.

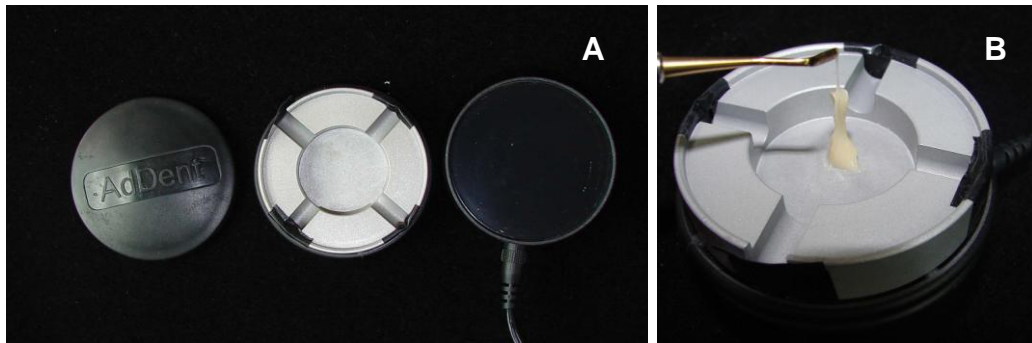


Figura 4.2 - Dispositivo Calset™. A: Componentes principais, da direita para a esquerda – base de aquecimento, suporte (para compule, unidoses e compósito) e tampa. B: Compósito aquecido no interior do Calset, demonstrando-se com viscosidade diminuída à manipulação com a espátula

4.2 Teste de Adaptação Marginal

4.2.1 Confeção das amostras

Foram utilizados 60 incisivos bovinos íntegros estocados em solução de cloramina a 0,5% por até 90 dias, distribuídos aleatoriamente em um dos seis grupos de estudo (n=10). Com o auxílio de uma ponta diamantada KG Sorensen 2094 (lote 020107, Barueri, SP, Brasil), foi preparada na face vestibular de cada dente uma

cavidade Classe V com as dimensões de 4mm de comprimento, 2mm de largura e 2mm de profundidade, com as margens circundantes em esmalte e a parede axial em dentina. Cada ponta diamantada foi utilizada para a confecção de até 5 cavidades para evitar a formação de diferentes padrões de "smear layer". Para a restauração dos dentes foi realizado condicionamento com ácido fosfórico a 35% (3M ESPE, St. Paul, MN, EUA) por 15 segundos, lavagem e secagem com leve jato de ar de modo a deixar a dentina úmida. Aplicou-se então o adesivo Adper Single Bond 2 (3M ESPE) em duas camadas, como recomendado pelo fabricante. O sistema adesivo foi fotoativado durante 10 segundos e o preenchimento da cavidade feito em incremento único.

Após a realização das restaurações, os dentes foram mantidos em água destilada por 7 dias a 37°C, período após o qual os dentes foram cortados no sentido méso-distal em um plano perpendicular ao longo eixo do dente de forma a seccionar ao meio as restaurações. Para isso, foi usado um disco diamantado (Extec-Blade XL 12235, Extec Corp., Enfield, CT, EUA) em uma máquina de corte Labcut (Modelo 1010, Extec Corp., Enfield, CT, EUA). Cada um dos fragmentos obtidos foi embutido em resina epóxica (Figura 4.3) e levado ao polimento em uma máquina Politrix (Ecomet/Buehler, Lake Bluff, IL, EUA). Foi obedecida a seqüência de lixas com as granulações 600, 1200, 2400 e 4000 (Buehler, Lake Bluff, IL, EUA), sendo por fim utilizados discos de feltro e pasta de diamante (Buehler Metadi Diamond Suspension 1 micron, Lake Bluff, IL, EUA). Ao final do processo de polimento, a superfície das amostras foi condicionada com ácido fosfórico a 37% por 3 segundos para a remoção de resíduos. Foi então realizada a moldagem dos espécimes com silicona de adição de baixa viscosidade (Express, 3M ESPE, St.

Paul, MN, EUA) para a obtenção das réplicas em resina epóxica (Buhler Epoxicure Resin, Lake Bluff, IL, EUA).

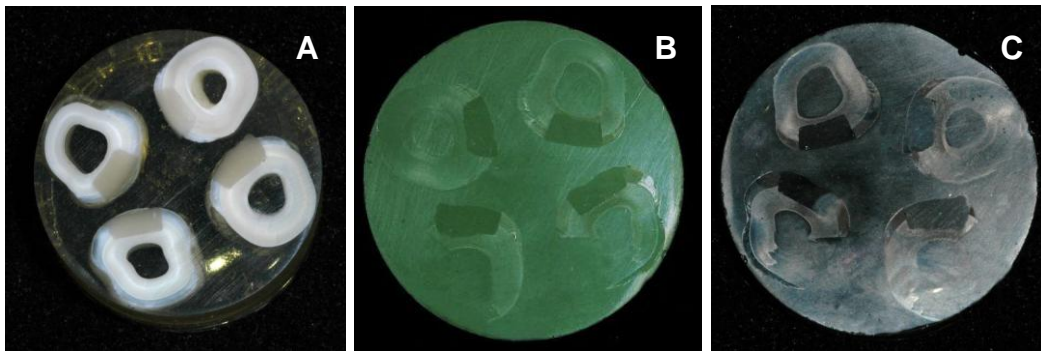


Figura 4.3 - Preparo das amostras para microscopia eletrônica de varredura. A: Fragmentos das restaurações embutidos em resina epóxica. B: Molde em silicone de adição. C: Réplicas após metalização

O recobrimento das réplicas (recobridor modelo MED020; Bal-Tec; Liechtenstein) foi realizado com platina para a análise em microscópio eletrônico de varredura de alto vácuo (Stereo Scam/ LEO, Cambridge, Reino Unido). Para a avaliação da presença de descontinuidade (*gaps*), a interface dente-restauração foi observada em aumento de 200X. Aumentos maiores de 300X a 1600X foram utilizados apenas para a visualização de detalhes.

4.2.2 Análise estatística

Para a realização da análise estatística, a interface adesiva foi dividida em 7 partes, como mostra a Figura 4.4. Cada segmento recebeu o escore referente a sua condição frente à presença de *gaps*: 0 = ausência de descolamento; 1 = presença de descolamento e, posteriormente, foi calculada a freqüência de escores para cada um dos grupos experimentais. A análise estatística foi realizada através de métodos

não-paramétricos, Mann-Whitney e Kruskal-Wallis para a avaliação da influência dos fatores envolvidos no estudo e testes de Friedman e Wilcoxon para a comparação entre as médias dos escores dos sete segmentos.

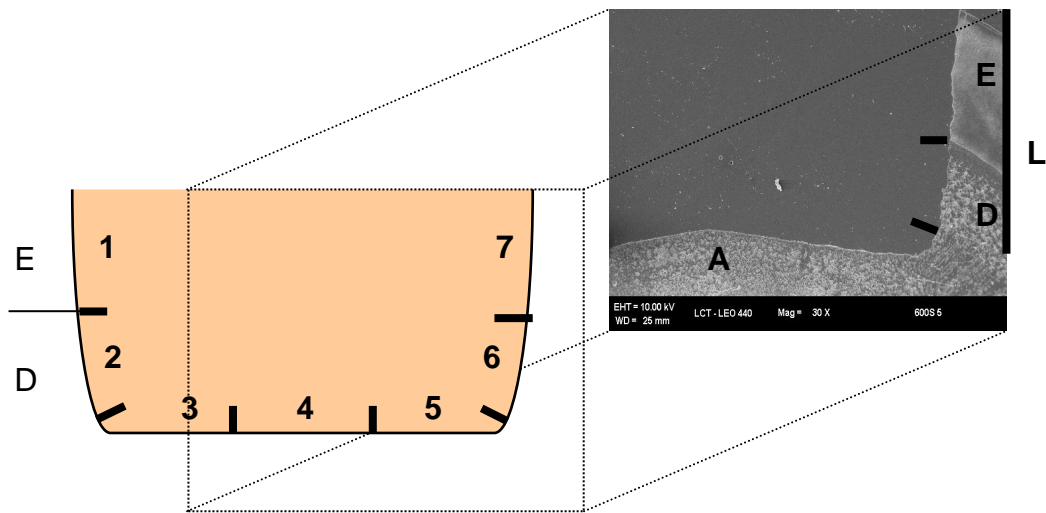


Figura 4.4 - Divisão da interface adesiva em sete segmentos para o cálculo da frequência de descolamentos. No detalhe imagem em MEV correspondente à região selecionada

4.3 Análise do Grau de Conversão

4.3.1 Confeção das amostras

Para a obtenção dos corpos-de-prova foi usada uma matriz cilíndrica bipartida de teflon com as seguintes dimensões: 2mm de altura e 5mm de diâmetro em sua abertura interna (Figura 4.5). A matriz foi preenchida com o compósito e posicionada entre folhas de poliéster para proporcionar lisura superficial à amostra. Seguiu-se a

fotoativação dos espécimes ($n=3$) e o armazenamento das amostras em ambiente escuro e seco por 24 horas.

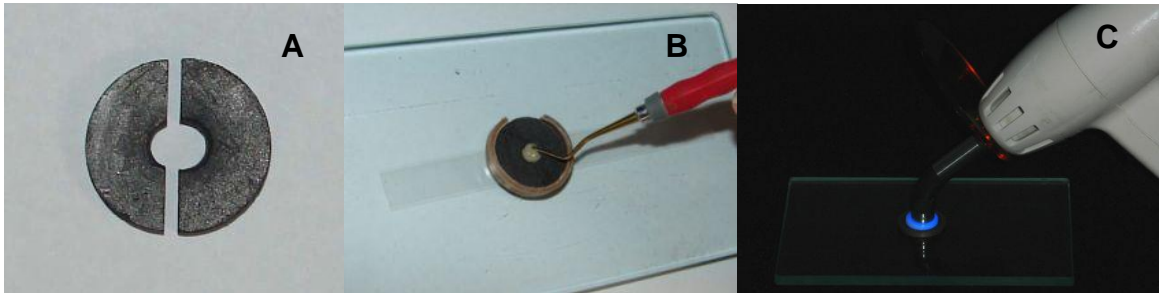


Figura 4.5 - Confeção dos espécimes para análise do grau de conversão. A: Matriz bipartida. B: Preenchimento da matriz. C: Momento da fotoativação da amostra

As amostras foram então submetidas à análise do grau de conversão. Tanto a face voltada para a luz (irradiada) quanto a oposta (não irradiada) foram analisadas e consideradas. Para a obtenção do grau de conversão do compósito foi usado o espectrofotômetro FT-Raman (RFS 100/S Bruker, Karlsruhe, Alemanha) de laser de neodímio-YAG com comprimento de onda de 1064nm (Figura 4.6). Todos os espectros foram tomados com a resolução de 4cm^{-1} e 128 scans.

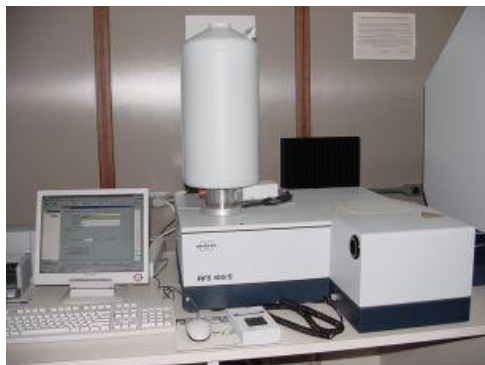


Figura 4.6 - Espectrofotômetro FT-Raman utilizado para a análise do grau de conversão

Para o cálculo do grau de conversão fazia-se necessária a obtenção do espectro de uma amostra de resina composta não-polimerizada. Nele, foi feito o acerto da linha base e calculadas as alturas relativas aos picos de 1610cm^{-1} e 1640cm^{-1} , que correspondem respectivamente às duplas ligações C=C aromáticas e alifáticas. O mesmo procedimento foi realizado para cada uma das amostras polimerizadas de compósito. Através da comparação entre as razões obtidas na resina não-polimerizada e na polimerizada concluiu-se quanto das ligações alifáticas havia se transformado em ligações simples, caracterizando a conversão (Figura 4.7).

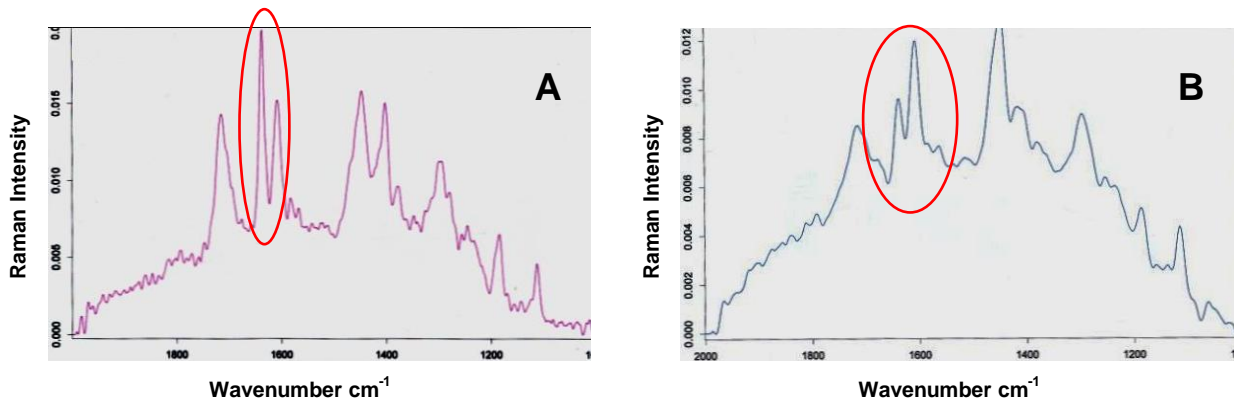


Figura 4.7 - Espectros demonstrando os picos referentes às duplas ligações alifáticas e aromáticas. A: Compósito não-polimerizado. B: Compósito polimerizado

A fórmula usada para o cálculo do grau de conversão foi:

$GC (\%) = 100 (1 - (R \text{ polimerizada}/R \text{ não polimerizada}))$, sendo R a razão entre o pico de 1640cm^{-1} e o pico de 1610cm^{-1} .

4.3.2 Análise estatística

A análise estatística dos dados tabulados foi feita através de Análise de Variância de 3 fatores, sendo eles: modo de fotoativação, uso de pré-aquecimento e

face, este último vinculado, e teste de Tukey para diferenciação de médias ($\alpha=0,05$). Foi também realizado o teste 't' de Student entre os valores das superfícies irradiada e não-irradiada dentro de cada nível de modo de fotoativação e de uso de pré-aquecimento.

4.4 Teste de Resistência à flexão

4.4.1 Confeção das amostras

Para padronizar a confecção das amostras, foi construída uma matriz de aço inoxidável bipartida, com as seguintes dimensões internas: 10mm de comprimento, 2mm de largura e 1mm de altura (Figura 4.8). Durante a confecção dos corpos-de-prova, a matriz foi apoiada sobre uma lâmina de vidro e uma tira de poliéster e em seguida toda a cavidade foi preenchida com resina composta em incremento único. Um segundo conjunto tira de poliéster-lamínula de vidro com espessura aproximada de 1mm foi colocado sobre a matriz para planificação da amostra com leve pressão, e em seguida removido.

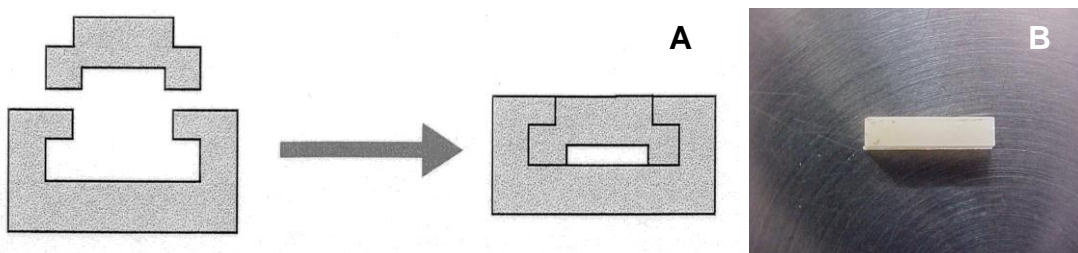


Figura 4.8 - A: Esquema que mostra a matriz bipartida para a confecção dos espécimes para o teste de resistência à flexão. B: Corpo-de-prova confeccionado

As amostras foram fotoativadas de acordo com as condições já delineadas e descritas na Tabela 4.1 (n=10). A face irradiada do compósito foi marcada para que fosse voltada em direção da aplicação de carga durante o teste. Cada corpo-de-prova foi medido com o auxílio de um paquímetro digital (Digimatic Caliper CD-6" OS, Mitutoyo Japão), com precisão de 0,01mm. Em seguida, foram armazenados em água destilada a 37°C por 24 h.

O teste de dobramento em três pontos foi realizado em uma máquina de ensaios universal (Kratos Dinamômetros, São Paulo, Brasil), sendo a distância entre os apoios de 8mm e a velocidade de avanço da cabeça de 0,5mm/min.

Os valores de carga de ruptura obtidos (N) foram transformados em valores de tensão (resistência à flexão) através da fórmula a seguir:

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

Onde:

R = valor em MPa da resistência à flexão

C = valor da carga máxima (N)

L = distância entre os suportes (mm)

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

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

4.4.2 Análise estatística

Os valores obtidos foram então tabulados e submetidos à Análise de Variância de 2 fatores (modo de fotoativação e uso de pré-aquecimento) e teste de Tukey para contraste de médias ($\alpha=0,05$).

4.5 Teste de Dureza Knoop – Estimativa do Grau de Ligações Cruzadas

4.5.1 Confeção das amostras

Os espécimes para o ensaio de dureza foram confeccionados com a mesma matriz bipartida utilizada na obtenção dos corpos-de-prova para a análise do grau de conversão. A matriz foi apoiada sobre uma placa de vidro e tira de poliéster, preenchida em incremento único, recoberta com um conjunto tira de poliéster-lamínula de vidro, que em seguida foi removido. Seguiu-se a fotoativação os espécimes, de acordo com sua inclusão em um dos seis grupos experimentais. Dessa forma, foram obtidas amostras cilíndricas de compósito ($n=6$) de 5mm de diâmetro e 2mm de altura, com superfícies planas e paralelas. Os espécimes foram armazenados a seco em ambiente escuro a 37°C por 24h e somente então levados ao microdurômetro (Figura 4.9, HMV-2T, Shimadzu Corporation, Kyoto, Japão) para a primeira etapa de avaliação da KHN. Na superfície irradiada de cada corpo-de-prova foram feitas cinco edentações (Figura 4.10) sob carga de 100g durante 1 minuto, e o valor médio calculado.



Figura 4.9 – Microdurômetro HMV-2T usado no teste de dureza Knoop. No detalhe a penetração da ponta no corpo-de-prova

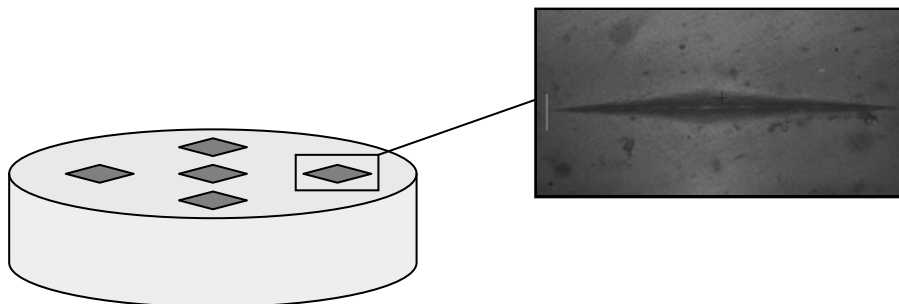


Figura 4.10 – Esquema representativo das cinco edentações feitas na superfície irradiada do compósito para a análise da dureza Knoop. No detalhe pode ser vista uma edentação feita pela ponta Knoop

Após a primeira tomada de valores de KHN, os espécimes foram novamente armazenados no escuro a 37°C por mais 24h, desta vez em etanol 100%. após esse período, os valores de KHN foram novamente tomados.

4.5.2 Análise estatística

Obtidos os valores médios de KHN para cada corpo-de-prova após 24h e 48h (em etanol), foi calculada a redução proporcional da dureza Knoop para cada um deles. Para a verificação de diferenças estatisticamente significantes entre os grupos experimentais, os dados foram tratados estatisticamente através do método de Análise de Variância de 2 fatores (modo de fotoativação e uso de pré-aquecimento) e teste de Tukey para contraste de médias ($\alpha=0,05$). A comparação entre os valores de KHN para 24h e 48h foi realizada através do teste 't' de Student para dados pareados, visto que os dados foram obtidos no mesmo corpo-de-prova.

Além da análise estatística isolada dos dados obtidos em cada teste, foram realizadas análises de regressão na tentativa de estabelecer possíveis correlações entre adaptação marginal, grau de conversão, resistência à flexão e dureza Knoop.

5 RESULTADOS

Os dados obtidos para cada um dos testes realizados foram analisados quanto à normalidade e homocedasticidade para a determinação do uso de métodos estatísticos paramétricos ou não-paramétricos. A seguir, a descrição dos resultados obtidos em cada um dos testes realizados.

5.1 Teste de adaptação marginal

Os resultados da análise de frequência de *gaps* na interface adesiva estão expressos na tabela 5.1. A figura 5.1 mostra imagens obtidas através da microscopia eletrônica de varredura para a presença e ausência de *gaps*.

O teste de Friedman demonstrou haver diferença entre as médias de escores dos sete segmentos da interface adesiva ($p < 0,01$). Através do mesmo teste foi constatada a falta de diferenças estatisticamente significantes entre os três segmentos axiais entre si e entre os segmentos laterais de esmalte e dentina entre si ($p > 0,05$). O teste de Wilcoxon para comparação entre duas médias demonstrou haver diferença estatística entre os escores dos segmentos axiais e dos laterais (z calculado=2,20; $p < 0,05$), sendo a maior frequência de *gaps* encontrada na parede axial da cavidade (Tabela 5.1).

Tabela 5.1 – Frequência de *gaps* para cada segmento da interface adesiva. Considerando-se 10 réplicas, o escore máximo por segmento equivale a 10, no caso de todas as amostras apresentarem *gap*. Valores seguidos pela mesma letra são estatisticamente semelhantes; $p > 0,05$

Grupo	Região											Total	Gaps (%) por grupo experimental
	E esq	D esq	Ax 1	Ax 2	Ax 3	D dir	E dir	Esmalte	Dentina	Lateral	Axial		
600 40	1	5	9	10	8	4	2	3	9	12	27	39	55,7 ^A
600 40 Calset	0	5	7	5	6	7	3	3	12	15	18	33	47,1 ^B
600 20	3	4	10	9	10	3	2	5	7	12	29	41	58,6 ^A
600 20 Calset	1	1	9	9	8	5	3	4	6	10	26	36	51,4 ^B
200 + 500	4	3	9	8	10	3	4	8	6	14	27	41	58,6 ^A
200+ 500 Calset	1	3	9	7	10	3	1	2	6	8	26	34	48,6 ^B
Escore total	10	21	53	48	52	25	15	25	46	71	153	—	55,7 ^A
Gaps (%) por segmento avaliado	16,7	35,0	88,3	80,0	86,7	41,7	25,0	20,8	38,3	29,6 ^b	85,0 ^a	—	—

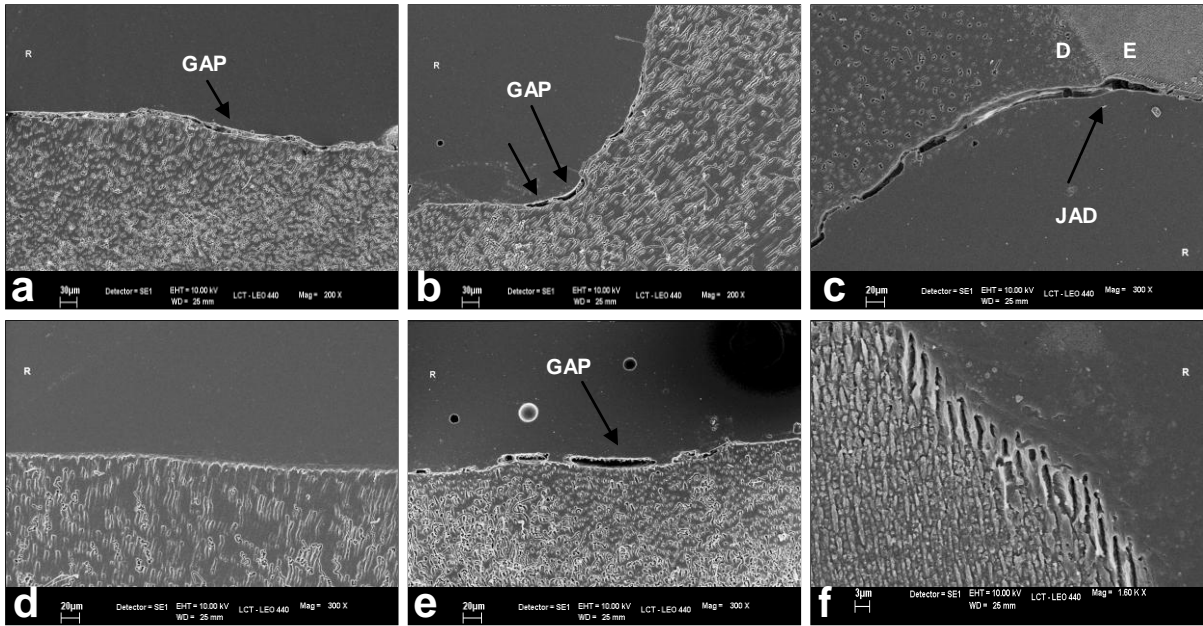


Figura 5.1 – Imagens em microscopia eletrônica de varredura das réplicas em resina epóxica mostrando detalhes da interface adesiva. a: Imagem em 200X de aumento mostrando *gap* no segmento axial; b: Imagem em 200X de aumento mostrando *gap* no ângulo da cavidade; c: *Gap* na junção amelo-dentinária; d: Interface sem *gaps*; e: *Gap* em aumento de 300X; f: Detalhe da camada híbrida em aumento de 1600X

O teste de Mann-Whitney demonstrou que o fator uso de pré-aquecimento foi significativo ($p < 0,05$), com a maior frequência de *gaps* ocorrendo nos grupos sem o aquecimento prévio da resina composta (Figura 5.2). O teste de Kruskal-Wallis revelou não haver diferença estatística entre os modos de fotoativação ($p = 0,432$) e entre a interação fotoativação X aquecimento ($p = 0,241$) (Tabela 5.1).

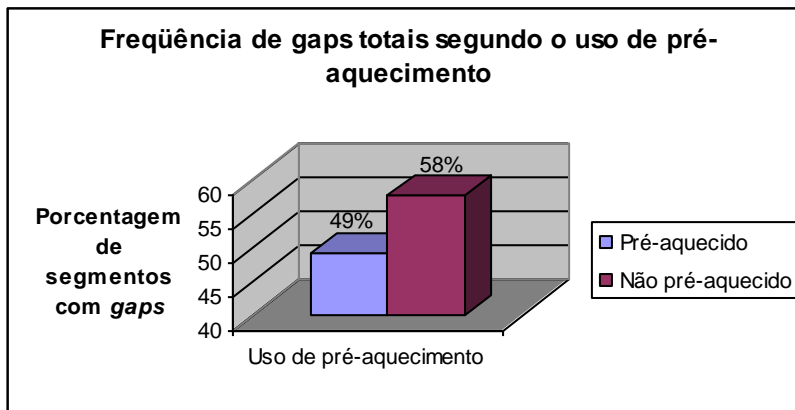


Figura 5.2 – Frequência média de *gaps* na interface adesiva de acordo com o uso de pré-aquecimento

5.2 Grau de Conversão

Os resultados da análise do grau de conversão estão descritos na Tabela 5.2. A análise de variância de três fatores demonstrou que os fatores modo de fotoativação ($p=0,462$) e uso de pré-aquecimento ($p=0,230$), bem como as interações duplas (fotoativação X aquecimento com $p=0,255$; fotoativação X face com $p=0,282$; aquecimento X face com $p=0,417$) e triplas ($p=0,171$) não apresentaram diferenças estatísticas. Apenas o fator face foi significativo ($p<0,05$). A média dos valores de grau de conversão para a face irradiada ($63,1\% \pm 2,6$) foi mais alta do que a média obtida para a face não-irradiada ($61,3 \pm 2,5$). Testes 't' de Student realizados entre as superfícies irradiada e não-irradiada dentro de cada nível de regime de fotoativação e de uso de pré-aquecimento revelaram que apenas no grupo irradiado com 600mW/cm^2 por 40s e na ausência de pré-aquecimento o grau de conversão da face irradiada foi significativamente maior do que o da superfície oposta ($p=0,027$).

Tabela 5.2 – Médias dos valores de grau de conversão (%) e respectivos desvio-padrão (valores seguidos pela mesma letra são estatisticamente semelhantes; $p>0,05$). ^(*) indica diferença estatística entre face irradiada e não-irradiada no teste 't' de Student ($p<0,05$)

Modo de fotoativação	Uso de pré-aquecimento	Face irradiada	Face não-irradiada
600mW/cm ² por 40s	Não	64,80 (3,0) ^{A*}	60,43 (2,3) ^A
	Sim	60,92 (3,0) ^A	60,37 (2,2) ^A
600mW/cm ² por 20s	Não	63,04 (2,7) ^A	62,41 (0,5) ^A
	Sim	65,10 (1,9) ^A	61,75 (2,2) ^A
200mW/cm ² por 20s + 500mW/cm ² por 40s	Não	61,85 (1,6) ^A	59,63 (3,4) ^A
	Sim	62,86 (2,6) ^A	63,02 (1,9) ^A

5.3 Resistência à flexão

Os resultados do teste de resistência à flexão estão descritos na Tabela 5.3. A análise de variância demonstrou que apenas o fator modo de fotoativação foi significativo ($p < 0,01$). O fator uso de pré-aquecimento ($p = 0,228$) e a interação entre os dois fatores ($p = 0,401$) não apresentaram diferenças estatisticamente significativas.

Os maiores valores de resistência à flexão foram encontrados pelos métodos de fotoativação contínuos com 600mW/cm^2 por 40s ($179,3 \pm 13,9$ MPa) e por 20s ($174,3 \pm 17,0$ MPa), semelhantes estatisticamente entre si. Já o modo de fotoativação em pulsos apresentou em média os mais baixos valores de resistência à flexão ($152,9 \pm 19,0$ MPa). Apenas o grupo fotoativado com 600mW/cm^2 por 40s e submetido a pré-aquecimento apresentou média dos valores de resistência à flexão estatisticamente semelhantes aos grupos fotoativados em duas etapas.

Tabela 5.3 – Médias de resistência à flexão (MPa) e respectivos desvios-padrão (valores seguidos pela mesma letra são estatisticamente semelhantes; $p > 0,05$)

Modo de fotoativação	Uso de pré-aquecimento	Resistência à flexão
600mW/cm^2 por 40s	Não	181,07 (17,2) ^A
	Sim	167,59 (14,6) ^{AB}
600mW/cm^2 por 20s	Não	179,29 (9,4) ^A
	Sim	179,28 (17,9) ^A
200mW/cm ² por 20s + 500mW/cm ² por 40s	Não	154,00 (22,2) ^B
	Sim	151,71 (16,3) ^B

5.4 Dureza Knoop - Estimativa do Grau de Ligações Cruzadas

Os resultados do teste de dureza Knoop estão descritos na Tabela 5.4. Sobre a diferença percentual dos valores de KHN após armazenamento em etanol, o teste 't' de Student confirmou a redução estatisticamente significativa dos valores de KHN medidos em 24h e 48h ($p < 0,001$).

Tabela 5.4 - Médias de dureza Knoop e respectivos desvios-padrão (para cada coluna, mesma letra indica semelhança estatística; $p > 0,05$)

Modo de Fotoativação	Uso de pré-aquecimento	Dureza Knoop		
		Após 24h	Após 48h	Redução percentual da KHN (%)
600mW/cm ² – 40s	Não	66,90 (3,18) ^A	46,30 (1,49) a	30,64 (4,29) ^α
	Sim	60,90 (1,78) ^{CD}	41,27 (2,71) bc	29,95 (2,83) ^α
600mW/cm ² – 20s	Não	66,40 (2,35) ^{AB}	44,90 (1,18) ab	30,57 (2,96) ^α
	Sim	56,80 (1,69) ^D	37,97 (2,71) c	31,67 (5,18) ^α
200mW/cm ² – 20s +	Não	66,70 (2,95) ^{AB}	45,37 (2,97) ab	29,17 (7,35) ^α
500mW/cm ² – 40s	Sim	61,95 (2,93) ^{BC}	40,13 (3,01) c	33,58 (3,26) ^α

5.4.1 Dureza Knoop após 24h

A análise de variância com 2 fatores demonstrou haver diferença estatisticamente significativa para ambos os fatores principais (modo de fotoativação, $p < 0,05$; uso de pré-aquecimento, $p < 0,001$) e para a interação entre eles ($p < 0,05$). Comparando-se as médias de KHN das três formas de irradiação, os

valores obtidos para os grupos sem pré-aquecimento foram semelhantes entre si. Já nos grupos com pré-aquecimento, o grupo irradiado em duas etapas mostrou média de KHN estatisticamente maior do que aquela demonstrada pelo grupo irradiado com 20s, mas similar ao grupo irradiado de forma contínua por 40s. Dentro de cada nível de modo de fotoativação, a KHN foi maior para os espécimes que não foram submetidos a pré-aquecimento, com exceção da forma de irradiação em duas etapas, na qual as médias de dureza em 24h foram estatisticamente semelhantes.

5.4.2 Dureza após etanol

A análise de variância com 2 fatores mostrou diferença estatisticamente significativa para o fator uso de pré-aquecimento ($p < 0,001$). Tanto o fator modo de fotoativação ($p = 0,079$), como a interação entre os fatores ($p = 0,587$) não demonstraram diferenças estatísticas. A média de KHN para os grupos sem pré-aquecimento ($45,72 \pm 0,47$) foi mais alta do que para os grupos nos quais foi utilizado o dispositivo Calset™ ($37,79 \pm 0,71$).

5.4.3 Redução percentual da dureza Knoop após armazenamento em etanol

A análise de variância com 2 fatores mostrou ausência de significância para os fatores principais (modo de fotoativação, $p = 0,836$; uso de pré-aquecimento, $p = 0,303$) e para a interação entre eles ($p = 0,397$). Dessa forma, pode-se afirmar que a redução da dureza após o armazenamento dos espécimes em etanol se deu de

forma uniforme e independente da influência da forma de fotoativação do compósito ou pré-aquecimento.

5.5 Outras considerações

Os resultados das análises de regressão realizadas entre adaptação marginal, grau de conversão, resistência à flexão e dureza Knoop não foram estatisticamente significativos. Assim, no delineamento deste estudo, não puderam ser detectadas correlações entre as variáveis estudadas.

6 DISCUSSÃO

Durante a contração de polimerização, diversas forças atuam no sistema dente-adesivo-compósito. As tensões induzidas no interior do material provocam a deformação viscosa do compósito a partir da superfície não-aderida e são também transmitidas ao elemento dental pela adesão proporcionada pelo sistema adesivo. Quando a força de união que mantém a integridade marginal da restauração é suplantada pela tensão de contração ocorre o rompimento da interface adesiva, com o aparecimento dos chamados *gaps* (PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2004). Assim, pode-se afirmar que tanto altas tensões como baixa qualidade de adesão contribuem para os descolamentos entre dente e compósito. Com este fundamento, pode-se explicar a freqüência do aparecimento de *gaps* ao longo da interface. É bem estabelecido na literatura que a força de união dos sistemas adesivos ao esmalte é maior do que aquela promovida junto à superfície dentinária (GRAY et al., 2006; REIS et al., 2004; SOUZA-ZARONI et al., 2007; YAZICI et al., 2007), o que se deve sobretudo às diferenças na composição dos dois substratos (CHINELATTI et al., 2007). Enquanto o esmalte caracteriza-se por seu alto conteúdo inorgânico organizado na forma de prismas, a dentina apresenta cerca de 20% de sua composição em água e 30% em material orgânico, distribuído entre dentina peri e intertubular (MARSHALL et al., 1997; PASHLEY, 1991). Além disso, o tecido dentinário demonstra como obstáculo adicional à adesão a umidade do fluido que percorre os túbulos dentinários, que devido à sua conicidade, apresentam diâmetros cada vez maiores com a aproximação da polpa (PASHLEY, 1991). Dessa forma, o condicionamento ácido do elemento dental e a subsequente aplicação do sistema

adesivo proporcionam adesão menos efetiva à dentina, sendo esta tanto pior quanto maior a área ocupada pelos túbulos (GIANNINI et al., 2001) e a profundidade do tecido condicionado (LOPES et al., 2006; YOSHIKAWA et al., 1999). Como fator adicional, demonstrou-se que a adesão aos túbulos cortados perpendicularmente é menor do que àqueles dispostos longitudinalmente à interface adesiva (OGATA et al., 2001). Isso posto, explica-se em parte os resultados do teste de adaptação marginal encontrados neste estudo, nos quais houve uma maior frequência de *gaps* para a parede axial da restauração em comparação com as paredes laterais. Enquanto a parede axial da cavidade era obtida em tecido unicamente dentinário, mais próximo à cavidade pulpar e com túbulos perpendiculares à interface dente-restauração, as paredes laterais situavam-se parcialmente em esmalte, que ocupava em média metade de sua extensão. Tanto é assim que a menor frequência numérica de *gaps* foi encontrada em esmalte (20,8%), e seria até menor se não fosse por um fenômeno observado: a abertura da interface adesiva na junção amelo-dentinária. Em muitas réplicas ocorreu a formação de *gap* exatamente neste local, possivelmente devido à diferença no módulo de elasticidade de esmalte (63GPa) e dentina (19GPa) e ao comportamento de deformação elástica dos dois substratos frente às tensões de polimerização (MARSHALL et al., 2001).

A maior frequência de *gaps* nos segmentos axiais da cavidade pode ainda estar associada à maior concentração de tensões nesta região. Como demonstrado por Kinomoto et al. (2000) através de análise fotoelástica, algumas das áreas mais sujeitas a concentrar tensões decorrentes da contração de polimerização são os ângulos da cavidade restauradora, que durante a tabulação de dados foram incluídos nos segmentos axiais. Isso certamente colaborou para a observação de maior número de *gaps* na parede axial em relação às laterais. Em outro estudo

recente, Kakaboura et al. (2007) analisaram tensão de contração e adaptação marginal em 3-D e encontraram maior número de *gaps* na profundidade de cavidades Classe I, além de forte correlação entre a taxa máxima de desenvolvimento de tensões e porcentagem de *gaps* especificamente nesta região. Portanto, a dinâmica de polimerização dentro da massa de compósito parece influenciar sua adaptação marginal em áreas profundas. Como a região superficial do material recebe os fótons fornecidos na fotoativação mais rapidamente e sem que tenha havido atenuação da intensidade de luz por refração, alcança a taxa máxima de conversão em tempo menor do que o compósito a 2mm de profundidade (DARONCH et al., 2006b). Assim, tornam-se áreas precocemente polimerizadas e rígidas, e portanto, o ponto de fulcro da restauração para a contração de polimerização (SATO; MIYAZAKI; RIKUTA, 2004). Dessa forma, a parte do compósito localizada em maior profundidade contrai-se em direção a este ponto, descolando-se da parede axial.

Em relação ao regime de fotoativação, não houve melhoria no selamento da interface adesiva com a fotoativação em duas etapas. Como demonstrado por alguns estudos na literatura (CUNHA et al., 2007; PFEIFER; BRAGA; FERRACANE, 2006), não basta a utilização de uma baixa irradiância inicial para o desenvolvimento de menores valores de tensão de contração, pois a dose de energia inicial e o de intervalo entre as duas etapas são igualmente relevantes. Como o tempo para que se alcance o ponto de vitrificação, até o qual o compósito é capaz de demonstrar comportamento visco-elástico, é em geral inferior a 10 segundos (DARONCH et al., 2006b), uma primeira etapa que tenha duração de 20 segundos provavelmente não terá a função de permitir o escoamento do material, já que ao seu final a estrutura polimérica se encontra em estágio avançado de reticulação (LU; STANSBURY;

BOWMAN, 2004; FRIEDL et al., 2000). Acredita-se que entre os métodos "soft-start", os regimes em pulso sejam os mais efetivos em promover a redução da taxa de desenvolvimento de tensões e aumentar o tempo em que ela ocorre (CUNHA et al., 2007), o que auxiliaria na manutenção da integridade da interface (KANCA 3rd; SUH, 1999). Pode-se então afirmar que a excessiva dose de energia da etapa inicial da fotoativação em dois passos usada no estudo tenha sido o motivo para a ineficiência do regime em produzir uma interface dente-restauração mais íntegra.

No que se refere ao pré-aquecimento do compósito, este se mostrou eficiente em reduzir a quantidade de *gaps* na interface adesiva. A explicação para esse fato poderia estar associada a dois diferentes momentos durante a realização da restauração, um antes e outro durante a fotoativação. No momento da inserção do compósito, este se apresenta aquecido, e entra prontamente em contato com as paredes cavitárias. Com o aumento da temperatura, o material torna-se visivelmente menos viscoso (BLALOCK; HOLMES; RUEGGERBERG, 2006), o que permite uma melhor acomodação à cavidade. Por outro lado, seria possível que durante a reação de polimerização o compósito pré-aquecido apresentasse maior capacidade de liberação de tensões. Como demonstrado por Daronch, Rueggeberg e De Goes (2005), a razão entre a porcentagem de conversão mensurada antes e após a ocorrência da taxa máxima de conversão (R_p^{max}) aumenta com a elevação (e manutenção) da temperatura do compósito. Dessa forma, mais conversão ocorreria antes da R_p^{max} ser atingida, com maior habilidade das moléculas se reorientarem no espaço, resultante do escoamento do material. Entretanto, tal modificação da cinética de polimerização não parece ter ocorrido neste estudo, como sugerido pelos resultados da análise do grau de conversão, o que reforça a hipótese de melhor adaptação do compósito por redução em sua viscosidade.

A influência do pré-aquecimento sobre o grau de conversão do compósito estudado não apresentou concordância com resultados de estudos nos quais outras marcas comerciais de resina composta foram analisadas (DARONCH; RUEGGEBERG; DE GOES, 2005; DARONCH et al., 2006b). A literatura sugere que o aumento da temperatura do material previamente a sua fotoativação permite maior movimentação molecular, e, conseqüentemente, uma menor quantidade de monômeros residuais (DARONCH; RUEGGEBERG; DE GOES, 2005). Contudo, no presente estudo não houve aumento da conversão com o pré-aquecimento do compósito. Para explicar esta aparente discordância é importante ressaltar algumas diferenças entre as metodologias utilizadas. A principal delas reside na condição de manutenção ou não da temperatura durante o momento da fotoativação. Neste trabalho, as amostras foram confeccionadas em ambiente com 25°C, após o pré-aquecimento a 68°C, como aconteceria em uma situação clínica real, portanto não-isotérmica; entretanto, nos estudos com resultados discordantes, o compósito foi pré-aquecido e sua temperatura mantida constante por um aparato utilizado pelos autores. Assim, a queda de temperatura resultante do processo de equilíbrio térmico ($T^{\circ}\text{C}$ aquecimento – $T^{\circ}\text{C}$ ambiente) provavelmente impediu que reais ganhos em conversão ocorressem. Outra diferença metodológica que poderia explicar a distinção entre os resultados está no momento de mensuração da conversão. Enquanto nos estudos de Daronch et al., a conversão do compósito foi medida durante a fotoativação (2006b) ou após 5 minutos (2005), no presente estudo tal avaliação foi realizada após 24 horas. Portanto, é possível que ganhos imediatos em conversão promovidos pelo pré-aquecimento tenham sido mascarados pela pós-cura dos grupos não aquecidos. Sabe-se que mesmo em ambiente escuro, compósitos podem apresentar cura adicional ao redor de 10% após a fotoativação inicial

(KILDAL; RUYTER, 1994; TARUMI et al., 1999), o que não ocorre para materiais pré-aquecidos, pois quando uma maior conversão inicial é alcançada, há uma maior restrição da mobilidade monomérica posterior e insignificante pós-cura observada (LOVELL et al., 2001; TRUJILLO; NEWMAN; STANSBURY, 2004). Assim, é possível que o atual estudo encontrasse um aumento do grau de conversão para os grupos pré-aquecidos desde que essa análise fosse feita logo após a fotoativação do compósito, o que a longo prazo não teria grande efeito sobre o material, dada a tendência de nivelamento da conversão pela ação da pós-cura. Essa hipótese é reforçada pela comparação entre os valores de conversão do atual estudo e daquele realizado por Daronch, Rueggeberg e De Goes (2005), dada a devida ressalva de não se tratar do mesmo compósito (Filtek Z350 e Esthet-X, em cada um dos estudos, respectivamente). A irradiação em ambos os casos foi feita com a mesma marca comercial de fotoativador, com regimes de fotoativação muito parecidos (20 ou 40 segundos, com irradiância de 600 e 630mW/cm², respectivamente). Mesmo assim, no presente trabalho os valores de conversão obtidos a 25°C foram sensivelmente mais elevados do que o do outro estudo na mesma temperatura, chegando a se aproximar das médias encontradas para os grupos pré-aquecidos a 54°C.

Em relação à influência do regime de fotoativação sobre o grau de conversão, também não foram notadas diferenças entre as formas contínuas ou em dois passos. Portanto, pode-se afirmar que a técnica "soft-start" utilizada neste estudo foi eficiente em promover alta conversão apesar do uso de baixa irradiância inicial, o que está de acordo com a grande maioria dos trabalhos que avaliaram o mesmo efeito (BOUSCHLICHER; RUEGGERBERG; BOYER, 2000; CUNHA et al., 2007; CUNHA et al., 2008; KORAN; KURSCHNER, 1998; YAP; NG; SIOW, 2001). Cabe

mais uma vez ressaltar que para garantir a conversão desejada, a dose de energia recebida pelo compósito é fator preponderante (EMAMI; SÖDERHOLM, 2003; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002), e por esta razão não houve prejuízo do grau de conversão da técnica em dois passos, uma vez que a dose de $24\text{J}/\text{cm}^2$ foi fornecida. Um achado importante foi a observação de conversão estatisticamente semelhante entre os grupos de 12 e $24\text{J}/\text{cm}^2$. Sabe-se que grau de conversão e dose de energia se relacionam de forma linear até um determinado limite, além do qual há uma tendência de nivelamento da conversão apesar do aumento da dose (CHEN; FERRACANE; PRAHL, 2005; EMAMI; SÖDERHOLM, 2003). Assim, nas condições de fotoativação deste estudo, com amostras de 2mm de profundidade confeccionadas em um determinado compósito, a dose de energia de $12\text{J}/\text{cm}^2$ foi eficiente em produzir uma conversão elevada. Resultados muito semelhantes foram encontrados por Gonçalves et al. (2007), pois o grau de conversão obtido para regimes que utilizaram irradiâncias contínuas de 200 e $600\text{mW}/\text{cm}^2$ ou pulse-delay, num total de 12 ou $24\text{J}/\text{cm}^2$, não variou com a técnica de irradiação usada. No que se refere à significância do fator face, comparações feitas dentro de cada grupo experimental mostraram que, com exceção do grupo irradiado de forma contínua e dose de energia de $24\text{J}/\text{cm}^2$, essa diferenciação de fato não ocorreu. O padrão de refração de luz no interior de um compósito e portanto sua profundidade de cura dependem do tamanho das partículas de carga e de seu índice de refração (RUYTER; OYSAED, 1982). Em compósitos nanoparticulados o tamanho da carga é muito menor do que o comprimento de onda da luz, o que impede a determinação de seu índice de refração e diminui o efeito de difração de luz dentro do material (MITRA; WU; HOLMES, 2003). Quando o compósito é irradiado, a luz passa facilmente pelo material, que, em geral, apresenta boa translucidez. Dessa forma, o

fato de que na maioria dos grupos experimentais não houve diferença no grau de conversão na superfície e em profundidade era esperado, e valida o uso de incrementos de até 2mm de compósito, como preconizado pelo fabricante. Mesmo no grupo onde a diferença estatística foi detectada a redução do grau de conversão não foi acentuada, podendo ter pouca importância clínica no fundo da cavidade a ser restaurada.

Sobre a resistência à flexão, não houve qualquer efeito do pré-aquecimento do compósito. Como essa propriedade mecânica está fortemente correlacionada ao grau de conversão (CALHEIROS et al., 2008; FERRACANE; GREENER, 1986), a igualdade nos valores de conversão produzidos no compósito sem ou com pré-aquecimento parece também ter se traduzido na similaridade dos valores de resistência à flexão. O mesmo raciocínio pode ser aplicado à comparação entre as formas contínuas de irradiação. Comparando-se os grupos irradiados em uma etapa única, a dose de energia de $12\text{J}/\text{cm}^2$, recomendada pelo fabricante do compósito usado no estudo, foi suficiente para promover valores de resistência à flexão elevados, estatisticamente semelhantes aos produzidos com $24\text{J}/\text{cm}^2$. Quando se trata de um mesmo compósito, graus de conversão similares produzem amostras de compósito com resistência à flexão também semelhante. Uma exceção à regra é justamente o uso de técnicas "soft-start", que apesar de promoverem valores de conversão iguais aos obtidos com regimes de fotoativação contínuos, podem produzir menores valores de resistência à flexão (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003; SOH; YAP, 2004). Isso é especialmente válido para regimes nos quais a primeira etapa apresenta longa duração (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2004). No presente estudo, os grupos irradiados em duas etapas demonstraram médias mais baixas de resistência à flexão, o que pode ser explicado pelo padrão de cinética de

polimerização. Como o uso de baixa irradiância inicial, há a mobilização de poucas moléculas de fotoiniciador e formação de cadeias poliméricas com baixo grau de ligações cruzadas (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2001). Assim, o compósito final pode apresentar, a despeito do mesmo grau de conversão, resistência mecânica mais baixa do que a produzida com técnicas que se utilizam de uma única etapa de alta irradiância. Por isso, no caso deste trabalho, não foi possível a observação de significativa correlação entre grau de conversão e resistência à flexão.

Dada a hipótese de que a resistência à flexão dos grupos fotoativados em duas etapas foi menor devido a modificações na estrutura polimérica promovida pela baixa irradiância inicial, foi realizado o teste de dureza após armazenagem em etanol como forma indireta de estimativa do grau de ligações cruzadas. Na literatura existe a descrição de um método mais específico para essa avaliação, tendo como base a extração de moléculas monoméricas não-reagidas, a quantidade inicial de duplas ligações e o grau de conversão final do compósito (FLOYD; DICKENS, 2006; SIDERIDOU; ACHILIAS, 2005). Entretanto, a redução percentual da microdureza para esse fim é realizada por diversos autores devido à facilidade e rapidez na obtenção de dados (ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2001; DA SILVA et al., 2008; SOH; YAP, 2004; YAP et al., 2004). No presente estudo, entretanto, não foi possível estabelecer uma relação entre resistência à flexão e a variação da microdureza Knoop antes e depois da solubilização parcial em etanol. Como discutido a seguir, resultados inesperados foram encontrados no teste de microdureza, que parecem ter impedido sua utilização como preditor do grau de ligação cruzada do compósito.

Na primeira mensuração da dureza Knoop, que se deu 24h após a fotoativação do compósito, a primeira forte tendência observada foi a de redução nos valores de microdureza para os grupos pré-aquecidos. Nos grupos irradiados de forma

contínua, a diferença nas médias dos grupos sem e com pré-aquecimento foi de fato estatística, enquanto no regime em duas etapas foi apenas numérica, mas ainda assim bem demarcada. Uma vez que o grau de conversão não variou com o aquecimento do compósito, pode-se descartar a hipótese de que a menor microdureza dos grupos pré-aquecidos tenha sido resultado de uma menor cura. Por outro lado, o aquecimento do compósito poderia ter provocado modificações na estrutura do polímero pela alteração da cinética de polimerização. Como o pré-aquecimento aumentaria a taxa de polimerização sem interferir no tempo para sua ocorrência (DARONCH et al., 2006b), essa explicação também não parece ser plausível. Adicionalmente, uma possível alteração estrutural do polímero como um todo também se manifestaria na resistência à flexão, o que não aconteceu. Seria ainda possível que o pré-aquecimento tenha provocado uma transição de fase no tratamento silânico do compósito, de forma a afetar o modo como as nanopartículas se relacionam com as moléculas de alto peso molecular da matriz¹ (Informação pessoal). Contudo, neste caso, possivelmente os valores de resistência à flexão também seriam alterados. Por fim, a redução da microdureza com o pré-aquecimento pode ser um fenômeno relacionado à alteração da tensão superficial do material e sua molhabilidade ao filme de poliéster¹ (Informação pessoal). Assim, pode ter ocorrido um afloramento de matriz resinosa e uma segregação dos *nanoclusters* para a profundidade do material. Essa hipótese parece ser a que melhor explica os resultados obtidos, uma vez que o efeito produzido seria de caráter superficial e não afetaria a estrutura polimérica total.

¹ Comentários do Dr. Brian Holmes, pesquisador sênior e um dos responsáveis pelo desenvolvimento de nanocompósitos da 3M/ESPE, através de e-mail recebido em 10/03/2008.

Ainda em relação aos valores iniciais de dureza Knoop, as médias obtidas pelos grupos sem pré-aquecimento foram semelhantes para os três regimes de fotoativação. Uma vez que a microdureza se relaciona com o grau de conversão de forma linear (CALHEIROS et al., 2008), essa semelhança era esperada, devido à igualdade estatística nos valores de conversão. De forma análoga, poderia-se esperar que o mesmo ocorresse entre os grupos pré-aquecidos. Entretanto, os resultados demonstraram um valor numérico de microdureza visivelmente menor para o grupo irradiado com dose de $12\text{J}/\text{cm}^2$ em relação ao fotoativado de modo contínuo com $24\text{J}/\text{cm}^2$ e estatisticamente mais baixo comparado à irradiação em duas etapas. Sabe-se que o teste de microdureza é mais sensível a variações na dose de energia do que o grau de conversão (CALHEIROS et al., 2006), e por isso o grupo irradiado com $12\text{J}/\text{cm}^2$ ter demonstrado a menor média. A razão desta diferença em função da dose de energia somente ter se manifestado no grupo pré-aquecido pode também estar relacionado ao afloramento de matriz. Dessa forma, no grupo não-aquecido o valor de microdureza foi obtido em função tanto da matriz resinosa quanto da carga incorporada ao compósito. Já no grupo com aquecimento, os resultados de microdureza se deram principalmente em função de uma camada superficial com maior quantidade de matriz, sendo a influência da quantidade de carga, que em condições normais é preponderante, pouco efetiva nesta condição do estudo.

Sobre a dureza Knoop após imersão em etanol, os resultados demonstraram que apenas o fator pré-aquecimento foi estatisticamente significativo. Assim, alterações de menor magnitude na microdureza encontradas no momento inicial, como o efeito da dose de energia, deixaram de ser estatisticamente significativas, embora a distinção numérica ainda estivesse presente. Portanto, a imersão em

etanol tende a salientar apenas as maiores modificações no compósito, uma vez que as mais sutis podem ser niveladas pela ação dissolutiva do solvente. Em relação à redução percentual da dureza, esta se deu de forma uniforme em todos os grupos, e não mais acentuadamente nos grupos polimerizados com regimes "soft-start" em função do menor grau de ligações cruzadas, como esperado. Embora essa metodologia seja usada para se estimar o grau de ligações cruzadas entre as cadeias poliméricas, cabe lembrar que esta técnica não realiza a mensuração de forma direta e que pode sofrer influência de outros fatores na sua realização. Existem inclusive indicações na literatura de ausência de reduções diferenciadas na microdureza com o uso de baixa irradiância inicial (PFEIFER; BRAGA; FERRACANE, 2006). Em um estudo recentemente publicado (DA SILVA et al., 2008), os autores utilizaram os compósito Filtek Supreme (que apresenta a mesma composição que o Z350, sendo a diferenciação entre eles feita apenas por questões comerciais) e P60 no teste de diferenciação do grau de ligações cruzadas de dois regimes de fotoativação, o primeiro com irradiação contínua com $850\text{mW}/\text{cm}^2$ e o segundo gradual com irradiância inicial de $50\text{mW}/\text{cm}^2$. Após 24h de imersão em etanol a redução percentual da microdureza superficial para ambos os compósitos foi estatisticamente semelhante para duas formas de irradiação. Como no presente estudo houve ação concomitante de variações na dose de energia, regime de fotoativação e pré-aquecimento, o teste de microdureza para a mensuração do grau de ligações cruzadas parece ter sido incapaz de demonstrar modificações da estrutura polimérica que pudessem justificar as menores médias de resistência à flexão para a irradiação em duas etapas. Com tantas variáveis atuantes no caso do presente estudo, é provável que apenas um método de mensuração direto pudesse fazer essa distinção. Também em função do efeito sinérgico dos fatores estudados

não foi possível estabelecer correlação entre dureza Knoop e grau de conversão. Isso indica que a relação entre essas duas variáveis estabelecida em estudos in vitro pode não ser estável quando diversos aspectos da fotoativação interagem, o que se traduz na prática diária dos profissionais. Para a ampliação do conhecimento produzido com este trabalho, faz-se necessária a avaliação de outras marcas comerciais de compósito bem como a realização de testes complementares e estudos clínicos que possam esclarecer questões aqui levantadas.

7 CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos e dentro das limitações deste estudo pode-se concluir que:

- 7.1 o pré-aquecimento do compósito promoveu melhor adaptação do compósito nanoparticulado às paredes cavitárias. O mesmo não pôde ser necessariamente afirmado para o uso de regimes "soft-start", uma vez que a continuidade do selamento da interface adesiva para a técnica em dois passos foi semelhante à produzida por métodos contínuos de alta irradiância. Assim, a primeira hipótese do trabalho foi parcialmente confirmada.
- 7.2 o pré-aquecimento em condições não-isotérmicas não interferiu no grau de conversão mensurado após 24 horas. O grau de conversão produzido por regimes de fotoativação contínuos ou em duas etapas (com dose de energia mínima de $12\text{J}/\text{cm}^2$) foi semelhante. De modo geral a conversão obtida em profundidade de 2mm foi similar à da superfície do compósito ou ligeiramente menor. Dessa forma, a segunda hipótese do trabalho foi parcialmente confirmada.
- 7.3 regimes de fotoativação contínuos com alta irradiância inicial produziram polímeros com maior resistência à flexão do que irradiações "soft-start". O pré-aquecimento do compósito em condições não-isotérmicas não foi capaz de

promover o aumento da resistência à flexão. Assim, a terceira hipótese do trabalho foi totalmente rejeitada.

7.4 o pré-aquecimento reduziu a microdureza superficial inicial do compósito estudado. No compósito não-aquecido a microdureza promovida por regimes de fotoativação contínuos e em duas etapas, com dose de energia de 12 ou 24J/cm^2 , foi semelhante. Portanto, a quarta hipótese do trabalho foi parcialmente rejeitada.

7.5 uma vez que a microdureza superficial do compósito nanoparticulado foi influenciada por muitos fatores, o cálculo de sua redução percentual após armazenagem em etanol para estimativa do grau de ligações cruzadas pode ser ineficiente. No presente estudo, tanto o pré-aquecimento quanto o regime de fotoativação do compósito não alteraram a magnitude de redução da dureza, o que causa a rejeição parcial da quinta hipótese do trabalho.

REFERÊNCIAS¹

Aksu MN, Neme AML, Walker S, Pink FE, Linger JB, Wagner WC. Effect of pre-heating composite on microleakage in class II restorations [Abstract 0498]. *J Dent Res* 2004;83(Spec Iss A).

Amaral CM, Peris AR, Ambrosano GM, Pimenta LA. Microleakage and gap formation of resin composite restorations polymerized with different techniques. *Am J Dent* 2004;17(3):156-60.

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

Anusavice KJ. *Materiais dentários*. 11^a ed. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of pulse-delay curing on softening of polymer structures. *J Dent Res* 2001;80:1570-3.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Two-step curing: influence on conversion and softening of a dental polymer. *Dent Mater* 2003;19(6):466-70.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Flexural strength and modulus of a step-cured resin composite. *Acta Odontol Scand* 2004;62(2):87-90.

Awliya WY. The influence of temperature on the efficacy of polymerization of composite resin. *J Contemp Dent Pract* 2007;8(6):9-16.

Blalock JS, Holmes RG, Rueggeberg FA. Effect of temperature on unpolymerized composite resin film thickness. *J Prosthet Dent* 2006;96(6):424-32.

Bouschlicher MR, Rueggeberg FA. Effect of ramped light intensity on polymerization force and conversion in a photoactivated composite. *J Esthet Dent* 2000;12(6):328-39.

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

Bouschlicher MR, Rueggberg FA, Boyer DB. Effect of stepped light intensity on polymerization force and conversion in a photoactivated composite. *J Esthet Dent* 2000;12(1):23-32.

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

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

Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga, RR. Degree of conversion and mechanical properties of a BisGMA:TEGDMA composite as a function of the applied radiant exposure. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2008;84(2):503-9.

Chen YC, Ferracane JL, Prah SA. A pilot study of a simple photon migration model for predictiong depth of cure in dental composite. *Dent Mater* 2005;21(11):1075-86.

Chinelatti MA, Corona SA, Borsatto MC, Ribeiro LF, Rocha RA, Palma-Dibb RG. Analysis of surfaces and adhesive interfaces of enamel and dentin after different treatments. *J Mater Sci Mater Med* 2007;18(7):1465-70.

Cook WD. Thermal aspects of the kinetics of dimethacrylate photopolymerization. *Polymer* 1992;33(10):2152-61.

Cook WD. Photopolymerization kinetics of oligo(ethylene oxide) and oligo(methylene) oxide dimethacrylates. *J Polym Sci Polym Chem* 1993;31:1053-67.

Cook WD, Simon GP, Burchill PJ, Lau M, Fitch TJ. Curing kinetics and thermal properties of vinyl ester resins. *J Appl Polym Sci* 1997;64:769–81.

Cunha LG, Alonso RC, Pfeifer CS, Correr-Sobrinho L, Ferracane JL, Sinhoreti MA. Modulated photoactivation methods: Influence on contraction stress, degree of conversion and push-out bond strength of composite restoratives. *J Dent* 2007;35(4):318-24.

Cunha LG, Alonso RC, Pfeifer CS, Correr-Sobrinho L, Ferracane JL, Sinhoreti MA. Contraction stress and physical properties development of a resin-based composite

irradiated using modulated curing methods at two C-factor levels. *Dent Mater* 2008;24(3):392-8.

D'Alpino PH, Svizero, NR, Pereira JC, Rueggeberg FA, Carvalho RM, Pashley DH. Influence of light-curing sources on polymerization reaction kinetics of a restorative system. *Am J Dent* 2007;20(1):46-52.

Da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos Ade A, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. *J Mater Sci Mater Med* 2008;19(3):1027-32.

Daronch M, Rueggeberg FA, De Goes MF. Monomer conversion of pre-heated composite. *J Dent Res*. 2005;84(7):663-7.

Daronch M, Rueggeberg FA, Moss L, de Goes MF. Clinically relevant issues related to preheating composites. *J Esthet Restor Dent* 2006a;18(6):340-50.

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

Daronch M, Rueggeberg FA, Hall G, de Goes MF. Effect of composite temperature on in vitro intrapulpal temperature rise. *Dent Mater* 2007;23(10):1283-8.

Davidson CL, de Gee AJ. Relaxation of polymerization contraction stresses by flow in dental composites. *J Dent Res* 1984;63(2):146-8.

Davidson CL, de Gee AJ, Feilzer AJ. The competition between the composite-dentin bond strength and the polymerization contraction stress. *J Dent Res* 1984;63(12):1396-9.

Davidson-Kaban S, Davidson CL, Feilzer AJ, de Gee AJ, Erdilek N. The effect of curing light variations on bulk curing and wall-to-wall quality of two types and various shades of resin composites *Dent Mater* 1997;13:344-52.

Deb S, Sehmi H. A comparative study of the properties of dental resin composites polymerized with plasma and halogen light. *Dent Mater* 2003;19(6):517-22.

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

Dickens SH, Stansbury JW, Choi KM, Floyd CJ. Photopolymerization kinetics of methacrylate dental resins. *Macromolecules* 2003;36(16):6043-53.

Elhejazi AA. The effects of temperature and light intensity on the polymerization shrinkage of light-cured composite filling materials. *J Contemp Dent Pract* 2006;7(3):12-21.

Elliott JE, Lovell LG, Bowman CN. Primary cyclization in the polymerization of bis-gma and tegdma: A modeling approach to understanding the cure of dental resins. *Dent Mater* 2001;17(3):221-9.

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

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

Ernst CP, Brand N, Frommator U, Rippin G, Willershausen B. Reduction of polymerization shrinkage stress and marginal microleakage using soft-start polymerization. *J Esthet Rest Dent* 2003;15(2):93-103.

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

Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22(3):211-22.

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

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

Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater* 2006;22(12):1143-9.

Freedman G. Clinical benefits of pre-warmed composites. *Private Dent* 2003;8:111-4.

Freedman G, Krejci I. Warming up to composites. *Compend Contin Educ Dent* 2004;25(5):371-4.

Friedl KH, Schmalz G, Hiller KA, Markl A. Marginal adaption of Class V restorations with and without "softstart-polymerization". *Oper Dent* 2000;25(1):26-32.

Friedman J. Heating assembly for preheating dental materials. US patent 6236020. 2001.

Giannini M, Carvalho RM, Martins LR, Dias CT, Pashley DH. The influence of tubule density and area of solid dentin on bond strength of two adhesive systems to dentin. *J Adhes Dent* 2001;3(4):315-24.

Gonçalves F, Calheiros FC, Witzel, MF, Kawano Y, Braga RR. Effect of photoactivation protocol and radiant exposure on monomer conversion and flexural strength of a resin composite after water and ethanol storage. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2007;82(1):89-92.

Goracci G, Mori G, Casa de Martinis L. Curing light intensity and marginal leakage of resin composite restorations. *Quint Int* 1996;27(5):355-62.

Gray GB, Kataria V, McManus S, Jagger DC. An investigation of the shear bond strength of compomer restorative material to enamel and dentine. *Biomed Mater Eng* 2006;16(4):237-41.

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

Hofmann N, Market T, Hugo B, Klaiber B. Effect of high intensity vs. soft-start halogen irradiation on light-cured resin-based composites. Part I. Temperature rise and polymerization shrinkage. *Am J Dent* 2003;16(6):421-30.

Irie M, Suzuki K, Watts DC. Marginal gap formation of light-activated restorative materials: effects of immediate setting shrinkage and bond strength. *Dent Mater* 2002;18:203-10.

Jancar J, Wang W, DiBenedetto AT. On the heterogeneous structure of thermally cured Bis-GMA/TEGDMA resins. *J Mater Sci Mater Med* 2000;11(11):675-82.

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

Kakaboura A, Rahiotis C, Watts D, Silikas N, Eliades G. 3D-marginal adaptation versus setting shrinkage in light-cured microhybrid resin composites. *Dent Mater*. 2007;23(3):272-8.

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

Kildal KK, Ruyter IE. How different curing methods affect the degree of conversion of resin-based inlay/onlay materials. *Acta Odontol Scand* 1994;52(5):315-22.

Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S. Polymerization contraction stress of resin composite restorations in a model Class I cavity configuration using photoelastic analysis. *J Esthet Dent* 2000;12(6):309-19.

Koran P, Kurshner R. Effect of sequential versus continuous irradiation of light-cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion, and degree of polymerization. *Am J Dent* 1998;11:17-22.

Lange J, Altmann N, Kelly CT, Halley PJ. Understanding vitrification during cure of epoxy resins using dynamic scanning calorimetry and rheological techniques. *Polymer* 2000;41:5949-55.

Lecamp L, Youssef B, Bunel C, Lebaudy P. Photoinitiated polymerization of a dimethacrylate oligomer: 1. Influence of photoinitiator concentration, temperature and light intensity. *Polymer* 1997;38(25):6089-96.

Lieu C, Nguyen TM, Payant L. In vitro comparison of peak polymerization temperatures of 5 provisional restoration resins. *J Can Dent Assoc* 2001;67(1):36-9.

Lim BS, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light-activation. *Dent Mater* 2002;18:436-44.

Lopes GC, Perdigão J, Lopes Mde F, Vieira LC, Baratieri LN, Monteiro S Jr. Dentin bond strengths of simplified adhesives: effect of dentin depth. *Compend Contin Educ Dent* 2006;27(6):340-5.

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

Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW, Bowman CN. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. *Dent Mater* 2001;17(6):504-11.

Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Towards the elucidation of shrinkage stress development and relaxation in dental composites. *Dent Mat* 2004;20:976-86.

Marshall GW Jr, Marshall SJ, Kinney JH, Balooch M. The dentin substrate: structure and properties related to bonding. *J Dent* 1997;25(6):441-58.

Marshall GW Jr, Balooch M, Gallagher RR, Gansky SA, Marshall SJ. Mechanical properties of the dentinoenamel junction: AFM studies of nanohardness, elastic modulus, and fracture. *J Biomed Mater Res* 2001;54(1):87-95.

Mehl A, Hickel R, Kunzelmann KH. Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without "softstart-polymerization". *J Dent* 1997;25(3-4):321-30.

Mitra S, Wu D, Holmes B. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *J Am Dent Assoc* 2003;134(10):1382-90.

Neves AD, Discacciati JA, Oréface RL, Yoshida MI. Influence of the power density on the kinetics of photopolymerization and properties of dental composites. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005;72(2):393-400.

Nie J, Linden LA, Rabek JF, Fouassier JP, Morlet-Savary F, Scigalski F, et al. A reappraisal of the photopolymerization kinetics of triethyleneglycol dimethacrylate initiated by camphorquinone-n,n-dimethyl-p-toluidine for dental purposes. *Acta Polymer* 1998;49(4):145-61.

Obici AC, Sinhoreti MA, de Goes MF, Consani S, Sobrinho LC. Effect of the photo-activation method on polymerization shrinkage of restorative composites. *Oper Dent* 2002;27(2):192-8.

Ogata M, Okuda M, Nakajima M, Pereira PN, Sano H, Tagami J. Influence of the direction of tubules on bond strength to dentin. *Oper Dent* 2001;26(1):27-35.

Ozturk B, Usumez A, Ozturk AN, Ozer F. In vitro assessment of temperature change in the pulp chamber during cavity preparation. *J Prosthet Dent* 2004;91(5):436-40.

Pashley DH. Clinical correlations of dentin structure and function. *J Prosthet Dent* 1991;66(6):777-81.

Peutzfeldt A, Asmussen E. Determinants of in vitro gap formation of resin composites. *J Dent*. 2004;32(2):109-15.

Pfeifer CSC. Parâmetros relacionados à cinética de reação e tensão de polimerização de compósitos restauradores [Tese de Doutorado]. São Paulo: Faculdade de Odontologia da USP; 2007.

Pfeifer CS, Braga RR, Ferracane JL. Pulse-delay curing: influence of initial irradiance and delay time on shrinkage stress and microhardness of restorative composites. *Oper Dent* 2006;31(5):610-5.

Reis AF, Giannini M, Kavaguchi A, Soares CJ, Line SR. Comparison of microtensile bond strength to enamel and dentin of human, bovine, and porcine teeth. *J Adhes Dent* 2004;6(2):117-21.

Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW Jr, Davies HC. Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. *Am J Dent* 1993;6(2):91-5.

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

Rueggeberg F, Tamareselvy K. Resin cure determination by polymerization shrinkage. *Dent Mater* 1995;11(4):265-8.

Rueggeberg FA, Caughman WF, Chan DC. Novel approach to measure composite conversion kinetics during exposure with stepped or continuous light-curing. *J Esthet Dent* 1999;11(4):197-205.

Ruyter IE, Oysaed H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. *Acta Odontol Scand* 1982;40(3):179-92.

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

Sato T, Miyazaki M, Rikuta A. Real-time dimensional change in light-cured composites at various depths using laser speckle contrast analysis. *Eur J Oral Sci* 2004;112(6):538-44.

Schneider LF, Moraes RR, Cavalcante LM, Sinhorette MA, Correr-Sobrinho L, Consani S. Cross-link density evaluation through softening tests: Effect of ethanol concentration. *Dent Mater* 2008;24(2):199-203.

Sideridou ID, Achilias DS. Elution study of unreacted Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, and Bis-EMA from light-cured dental resins and resin composites using HPLC. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2005;74(1):617-26.

Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dent Mater* 2000;16(4):292-6.

Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent* 2004;32(4):321-6.

Souza-Zaroni WC, Seixas LC, Ciccone-Nogueira JC, Chimello DT, Palma-Dibb RG. Tensile bond strength of different adhesive systems to enamel and dentin. *Braz Dent J* 2007;18(2):124-8.

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

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

Trujillo M, Newman SM, Stansbury JW. Use of near-IR to monitor the influence of external heating on dental composite photopolymerization. *Dent Mater* 2004;20(8):766-77.

Trushkowsky RD. A new technique for placement of posterior composite. *Dent Today* 2002;21(11):20-1.

Trushkowsky RD, Burgess GO. Class two composite resin restorations leakage using three insertion methods [Abstract 0655]. *J Dent Res* 2004;83(Spec Iss A).

Uno S, Asmussen E. Marginal adaptation of a restorative resin polymerized at reduced rate. *Scand J Dent Res* 1991;99(5):440-4.

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

Versluis A, Tantbirojn D, Douglas WH. Do dental composites always shrink toward the light? *J Dent Res* 1998;77(6):1435-45.

Wagner WC, Aksu MN, Neme AM, Linger JB, Pink FE, Walker S. Effect of pre-heating resin composite on restoration microleakage. *Oper Dent* 2008;33(1):72-8.

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

Watts DC, al Hindi AA. Intrinsic 'soft start' polymerization shrinkage-kinetics in an acrylate-based resin-composite. *Dent Mater* 1999;10:17-22.

Witzel MF, Calheiros FC, Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent* 2005;33(9):773-9.

Whalen S, Bouschlicher M. Intrapulpal temperature increases with temporary crown and bridge materials. *Gen Dent* 2003;51(6):534-7.

Yap AU, Ng SC, Siow KS. Soft-start polymerization: influence on effectiveness of cure and post-gel shrinkage. *Oper Dent* 2001;26(3):260-6.

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

Yap AU, Soh MS, Han TT, Siow KS. Influence of curing lights and modes on cross-link density of dental composites. *Oper Dent* 2004;29(4):410-5.

Yazici AR, Celik C, Ozgünaltay G, Dayangaç B. Bond strength of different adhesive systems to dental hard tissues. *Oper Dent* 2007;32(2):166-72.

Yoshikawa T, Sano H, Burrow MF, Tagami J, Pashley DH. Effects of dentin depth and cavity configuration on bond strength. *J Dent Res* 1999;78(4):898-905.

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

Zach L, Cohen G. Pulp response to externally applied heat. *Oral Surg Oral Med Oral Pathol* 1965;19:515-30.