

MAYARA HANA NARIMATSU

**Caracterização intrínseca e propriedade mecânica através da  
resistência de união de adesivos contendo diferentes misturas  
monoméricas e fotoiniciadores**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Bauru da Universidade de São Paulo para obtenção do título de Doutora em Ciências no Programa de Ciências Odontológicas Aplicadas, na área de concentração Dentística.

Orientador: Prof. Dr. Adilson Yoshio Furuse

BAURU

2021

---

---

## RESUMO

Este estudo avaliou adesivos experimentais com diferentes misturas de monômeros e sistemas fotoiniciadores, fotoativados com aparelhos de fotopolimerização LED convencional e de amplo espectro, avaliando o grau de conversão (GC), sorção de água (SO), solubilidade em água (SL) e resistência de união por microcislamento para zircônia Y-TZP. Dez adesivos foram formulados em uma proporção em peso de 1: 1 de monômeros Bis-GMA / TEGDMA ou Bis-GMA / Bis-EMA e 0,5% em peso de canforquinona (CQ), 0,5-1,0% em peso de N, N-dimetil-p-aminobenzóico etiléster ácido (DABE), 0,5-1,0% em peso de hexafluorofosfato de difenil iodônio (DPHF) ou fotoiniciadores de 0,5-1,0% em peso de hexafluoroantimoniato de triaril sulfônio (TASHFSb). GC foi avaliado usando infravermelho por transformada de Fourier. A SO e SL foram avaliados calculando a variação de massa após 7 dias de armazenamento em água. O microcislamento foi avaliado após cimentação de cilindros de resina composta sobre fatias de zircônia e 6000 ciclos de termociclagem. Os dados foram analisados com ANOVA de três fatores seguido por Tukey'HSD ( $\alpha = 0,05$ ). O GC de adesivos Bis-GMA / Bis-EMA combinados com CQ / DABE ou CQ / DABE / TASHFSb apresentaram as maiores GC, enquanto aqueles com Bis-GMA / TEGDMA e fotoiniciadores triplos apresentaram os menores. Para SO, o adesivo de Bis-GMA / TEGDMA com CQ / DABE fotopolimerizado com aparelho LED de amplo espectro apresentou os menores valores médios e Bis-GMA / Bis-EMA com CQ / DABE / DPHF fotopolimerizado com aparelho LED convencional apresentou os maiores. Quanto à SL, os valores médios mais baixos foram encontrados para Bis-GMA / TEGDMA fotopolimerizado com aparelho LED de amplo espectro, seguido por Bis-GMA / Bis-EMA associado a CQ / DABE / DPHF ou CQ / DABE / TASHFSb e fotopolimerizado com o aparelho LED convencional. O microcislamentado adesivo contendo BIS-GMA / TEGDMA e CQ / DABE foi o mais alto, enquanto o de Bis-GMA / Bis-EMA com CQ / DABE e BIS-GMA / TEGDMA com CQ / DABE / DPHF foi o mais baixo. Nenhuma diferença no microcislamento foi encontrada entre os aparelhos LED ( $p > 0,05$ ). A ausência de amina terciária em todas as composições adesivas prejudicou a polimerização. os aparelhos LED influenciaram SO e SL, mas não GC e microcislamento. Pode-se

---

---

---

---

concluir que as composições adesivas com sistemas de fotoiniciadores triplo apresentaram desempenho mecânico comparável ao sistema CQ / DABE convencional e menor solubilidade em água dessas composições.

**Palavras-chave:** Adesivos, Cerâmica, Zircônia, Resistência de união.

---

---

---

---

## ABSTRACT

### Physical-chemical characterization and bond strength of dental adhesives with different monomer mixtures and photoinitiator systems

This study evaluated experimental adhesives with different monomer mixtures and photoinitiator systems, cured with two different light-curing units (LCU), testing degree of conversion (DC), water sorption ( $W_{sp}$ ), water solubility ( $W_{sl}$ ), and microshear bond strength ( $\mu$ SBS) to Y-TZP zirconia. Ten adhesives were formulated at a 1:1 weight proportion of Bis-GMA/TEGDMA or Bis-GMA/Bis-EMA monomers, and 0.5wt% camphorquinone (CQ), 0.5-1.0wt% N,N-dimethyl-p-aminobenzoic acid ethylester (DABE), 0.5-1.0wt% diphenyl iodonium hexafluorophosphate (DPHF), or 0.5-1.0wt% triaryl sulfonium hexafluoroantimonate (TASHFSb) photoinitiators. DC was evaluated using Fourier-transformed infrared spectroscopy in IR-range.  $W_{sp}$  and  $W_{sl}$  were assessed by calculating mass variation after 7 days of water storage.  $\mu$ SBS was evaluated after cementation of resin composite cylinders over zirconia slices and 6000 cycles of thermocycling. Data were analyzed with three-way ANOVA followed by Tukey's HSD ( $\alpha = 0.05$ ). DC of Bis-GMA/Bis-EMA adhesives combined with either CQ/DABE or CQ/DABE/ASFS presented the highest DC, while the ones with Bis-GMA/TEGDMA and triple photoinitiators presented the lowest. For  $W_{sp}$ , the adhesive of Bis-GMA/TEGDMA with CQ/DABE cured with wide spectrum LCU presented the lowest mean values and Bis-GMA/Bis-EMA with CQ/DABE/DPIHF cured with conventional LCU device presented the highest. As for solubility, the lowest mean values were found for Bis-GMA/TEGDMA cured with the wide spectrum LCU, followed by Bis-GMA/Bis-EMA associated with either CQ/DABE/DPIHF or CQ/DABE/ASFS and cured with the conventional device.  $\mu$ SBS of the adhesive containing BIS-GMA/TEGDMA and CQ/DABE was the highest while the ones of Bis-GMA/Bis-EMA with CQ/DABE and BIS-GMA/TEGDMA with CQ/DABE/DPIHF was the lowest. No difference in  $\mu$ SBS was found between LCUs ( $p > 0.05$ ). The absence of tertiary amine in all adhesive compositions impaired polymerization. LCUs influenced  $W_{sp}$  and  $W_{sl}$ , but not DC and  $\mu$ SBS. It can be concluded that adhesive compositions with triple photoinitiator systems presented comparable mechanical performance to conventional CQ/DABE system and lower water solubility of these compositions.

**Keywords:** Adhesives, Ceramics, Zirconia, Union Strength.

---

---