

FERNANDA REGINA VOLTARELLI

**INFLUÊNCIA DO TIPO DE FONTE DE LUZ, TEMPO E
DISTÂNCIA DE FOTOATIVAÇÃO SOBRE O GRAU DE
CONVERSÃO DE DIFERENTES SISTEMAS ADESIVOS**

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba/Universidade Estadual de Campinas, como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutora em Clínica Odontológica com área de concentração em Dentística.

Orientadora: Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron

PIRACICABA

2010

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**
Bibliotecária: Marilene Girello – CRB-8ª. / 6159

V889i

Voltarelli, Fernanda Regina.

Influência do tipo de fonte de luz, tempo e distância de fotoativação sobre o grau de conversão de diferentes sistemas adesivos / Fernanda Regina Voltarelli. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2010.

Orientador: Giselle Maria Marchi Baron.
Tese (Doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Materiais dentários. 2. Fotopolimerização. 3. Espectroscopia infravermelho transformada de Fourier. I. Baron, Giselle Maria Marchi. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(mg/fop)

Título em Inglês: Effect of light-curing unit, light attenuation and exposure time on the degree of conversion of various adhesive systems

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Dental materials. 2. Photopolymerization. 3. Spectroscopy, Fourier transform infrared

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Doutor em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Giselle Maria Marchi Baron, Renato Corrêa Viana Casarin, Vanessa Cavalli, Débora Alves Nunes Leite Lima, Luis Roberto Marcondes Martins

Data da Defesa: 14-05-2010

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 14 de Maio de 2010, considerou a candidata FERNANDA REGINA VOLTARELLI aprovada.

Prof.ª. Dra. GISELE MARIA MARCHI BARON

Prof. Dr. RENATO CORRÊA VIANA CASARIN

Prof.ª. Dra. VANESSA CAVALLI

Prof.ª. Dra. DÉBORA ALVES NUNES LEITE LIMA

Prof. Dr. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

DEDICO ESTE TRABALHO

À Deus,

“Agradeço pelo dom da vida, pela saúde, por me iluminar, por me guiar em todos os caminhos e por permitir a realização de mais uma etapa sem ter fraquejado, estando sempre ao meu lado, mesmo nas horas difíceis. E a Nossa Senhora, por me ouvir, falar ao meu coração e ser minha intercessora junto ao pai”

Dê sempre o melhor... E o melhor virá!

Às vezes as pessoas são egocêntricas, ilógicas e insensatas...

Perdoe-as assim mesmo!

Se você é gentil, as pessoas podem acusá-lo de egoísta e interesseiro...

Seja gentil assim mesmo!

Se você é um vencedor, terá alguns falsos amigos e alguns inimigos verdadeiros...

Vença assim mesmo!

Se você é honesto e franco, as pessoas podem enganá-lo...

Seja honesto e franco assim mesmo!

O que você levou anos para construir, alguém pode destruir de uma hora para outra...

Construa assim mesmo!

Se você tem paz e é feliz, as pessoas podem sentir inveja...

Tenha paz e seja feliz assim mesmo!

O bem que você faz hoje, pode ser esquecido amanhã...

Faça o bem assim mesmo!

Dê ao mundo o melhor de você, mas isso pode nunca ser o bastante...

Dê o melhor de você assim mesmo!

E veja você que, no final das contas, é entre você e DEUS...

Nunca foi entre você e eles!

(Madre Teresa de Calcutá)

DEDICO ESTE TRABALHO

Aos meus queridos pais Luiz Carlos e Maria de Lourdes.

*“Pelo amor, pelos ensinamentos, pelo exemplo de vida, caráter, integridade, dignidade, honestidade, coragem e perseverança, valores que me guiaram e possibilitaram o meu crescimento. Obrigada pelo apoio, incentivo e pela confiança depositada em mim. Obrigada também por todos os sacrifícios que vocês fizeram pela minha educação, por não medirem esforços para a realização dos meus sonhos. Saibam que todas as minhas conquistas só foram possíveis graças à vocês. Espero um dia retribuir tudo o que fazem e sempre fizeram por mim!
Palavras não são suficientes para agradecer! Eu Amo Muito vocês!”*

Amo minha família, cada um de vocês.

E, mesmo distantes, conseguimos manter a chama desse amor.

O amor que nos une a cada dia,

nos dando força para viver.

nos dando força para cada caminhada.

Pois, onde quer que vamos, sabemos que jamais estamos sozinhos.

Os caminhos são diferentes, mas quando precisamos ali estamos.

Em qualquer situação, acolhendo uns aos outros,

semeando o amor de Deus,

e o amor de nossos pais.

(autor desconhecido)

DEDICO ESTE TRABALHO

À minha querida irmã Alessandra,

“Pela alegria do convívio! Por todo o amor, afeto e carinho! Pela força nos momentos difíceis. Por sempre cuidar de mim! Não existem palavras suficientes e capazes de expressar o quanto Eu Te Amo e o quanto Te Admiro!”

*Se eu pudesse agarrar um arco-íris
eu o pegaria só para você,
e compartilharia com você a sua beleza
nos dias em que você se sentisse triste.
Se eu pudesse construir uma montanha
você poderia chamá-la de só sua,
um lugar para encontrar serenidade,
um lugar para estar sozinha.
Se eu pudesse pegar seus problemas
eu os jogaria no mar.
Mas todas estas coisas em que eu estou pensando
são impossíveis para mim.
Eu não posso construir uma montanha
ou pegar um belo arco-íris.
Mas deixe-me oferecer o que tenho de melhor:
Todo amor e carinho do meu coração!*

(autor desconhecido)

DEDICO ESTE TRABALHO

Ao meu noivo Marcelo,

“Pelo apoio e incentivo nessa caminhada. Pelo amor e carinho em todos os momentos. Pela paciência nas horas mais difíceis. Você é um exemplo de luta, perseverança e conquista! Não é fácil encontrar palavras para agradecer tudo o que você fez por mim e expressar o quanto te admiro! Muito obrigada por tudo! E obrigada por ter me presenteado com um dos mais ternos sentimentos que já experimentei! Eu te Amo Muito!”

“Quanto mais se conhece mais se ama”.

(Leonardo da Vinci)

Ainda que eu falasse as línguas dos homens e dos anjos, e não tivesse amor, seria como o metal que soa ou como o címbalo que retine.

E ainda que tivesse o dom de profecia, e conhecesse todos os mistérios e toda a ciência, e ainda que tivesse toda fé, de maneira tal que transportasse os montes, e não tivesse amor, nada seria.

(Paulo de Tarso)

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

*“Cada pessoa que passa em nossa vida,
passa sozinha
pois cada pessoa é única para nós
e, nenhuma substitui a outra.*

*Cada pessoa que passa em nossa vida,
passa sozinha
mas não vai só, nem nos deixa só
leva um pouco de nós e deixa um pouco
de si mesma.*

*Há as que deixam muito,
mas não há as que deixam nada.*

*Há as que levam muito,
mas não há as que levam nada.*

*Essa é a mais bela responsabilidade
de nossas vidas
e a prova tremenda de que as almas
não se aproximam por acaso.”*

(Chaplin)

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha querida Orientadora Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Barou.

“Obrigada pela confiança em mim depositada e pelo estímulo ao meu crescimento profissional, mas sempre respeitando as decisões individuais. Agradeço pelos ensinamentos transmitidos, por toda a disponibilidade e pelo agradável convívio ao longo desses anos! Você não foi apenas minha orientadora, mas também uma amiga! Uma pessoa muito especial e um exemplo de vida! Faltam palavras para expressar minha eterna gratidão!”

“A imortalidade de que se reveste a natureza humana

faz o homem sempre presente.

Presente pela amizade que conquistou;

Presente pelo exemplo que legou;

Sempre presente porque educou.”

(Michel Wolle)

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha grande amiga Claudia.

“Minha companheira desde o início desta caminhada. Nossa amizade está baseada na cumplicidade dos momentos que sempre dividimos em verdadeira sintonia, quer fossem momentos de alegria ou de dificuldade. Somos exemplo de pessoas que se querem bem, que se estimam verdadeiramente, que se respeitam. A sua alegria, a sua bondade, sempre me contagiou, incentivou e me permite dizer que as verdadeiras amizades existem sim! Eu, particularmente, faço questão de preservar nossa amizade, para sempre! E, apesar da distância, desejo que você seja sempre muito feliz! E tenha muito sucesso!

Ao longo de nossa vida muitos amigos passam por ela e nos deixam saudade, mas também deixam a recordação de tudo que foi vivido.

É na amizade verdadeira que encontramos sinceridade, lealdade, afinidade, cumplicidade, simplicidade, fraternidade.

Amigos são irmãos que a vida nos deu para caminhar conosco ao longo da nossa jornada espiritual, extrapolando os limites do tempo, continuando quando e onde Deus assim o permitir.

(Sandra Quevedo)

AGRADECIMENTOS

À *Faculdade de Odontologia de Piracicaba – Unicamp*, nas pessoas do seu Diretor *Prof. Dr. Francisco Hater Neto* e do Diretor Associado *Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim*, pela oportunidade de realização do Curso de Pós-graduação.

Ao *Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior*, Coordenador Geral do Curso de Pós-Graduação e à *Profa. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia*, Coordenadora do Curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica, pela competência e seriedade com que conduzem todos seus trabalhos.

Aos professores que participaram do meu exame de qualificação, *Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aquiar*, *Profa. Dra. Regina Maria Puppin Rontani* e *Profa. Dra. Vanessa Gallego Arias* e, aos professores que participaram da banca examinadora, *Profa. Dra. Vanessa Cavalli*, *Prof. Dr. Renato Corrêa Viana Casarin*, *Profa. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima* e *Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins*, pelas sugestões que só vieram a enriquecer meu trabalho!

Aos professores da Área de Dentística, *Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins*, *Prof. Dr. Marcelo Giannini*, *Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aquiar*, *Profa. Dra. Giselle Maria Marchi Baron*, *Prof. Dr. José Roberto Louadino* e *Prof. Dr. Alexandre M. S. Paulillo*, que contribuíram para o aprimoramento dos meus conhecimentos. Muito obrigada!

À *Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES)*, pela Bolsa de Estudo concedida durante parte do curso de doutorado.

Ao *Prof. Dr. Evandro Piva*, por ceder as dependências do Centro de Desenvolvimento e Controle de Biomateriais (CDC-Bio) da Universidade Federal de Pelotas (UFPel) para a avaliação do grau de conversão.

Às professoras que orientaram a análise estatística desse trabalho, *Profa. Dra. Andrea Araújo de Nóbrega Cavalcanti* (UFBA) e *Profa. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano* (FOP/UNICAMP).

Aos meus queridos avós, *José (in memorian)*, *Maria (in memorian)*, *David* e *Zelinda*, por me ensinarem a importância da união e do amor e, por consagrarem no sangue de nossas famílias a importância de sermos dignos e

honrados em tudo, não importando se para tal forem necessários sacrifícios pessoais.

À toda minha família, *tios, tias, primos e primas*, pela paciência, por sempre entenderem minha ausência em reuniões de família, pelo amor, carinho e apoio para que eu concluísse essa fase da minha vida!

Ao meu querido amigo de Colegial, Graduação e Pós-Graduação, *Renato*, pela amizade que perdura mesmo com a distância, pelos momentos inesquecíveis desde a época de ETECAP, por dividir comigo as conquistas e dificuldades durante nossa caminhada, por toda ajuda! É uma honra, orgulho e imensa alegria ter você como membro da banca examinadora!

À querida amiga da Graduação, *Marcela*, pela amizade e carinho que perduram mesmo com a distância, pelos momentos inesquecíveis que passamos juntas e que estarão para sempre guardados em meu coração!

Aos novos amigos de Pelotas, *Vanessa, Ricardo, Márcia, Marcelinho, Michele, Ivano, Cris, Marcelo* e, em especial, *tia Diluía* e os compadres *Juliana* e *Rafael*, por todo carinho que nos receberam e pela companhia que tanto ameniza a dor de estar tão longe dos familiares! Meu eterno Muito Obrigada!

À todos os amigos, pois é impossível conquistar algo sem contar com o apoio de quem quer o nosso bem e torce por nossa felicidade!

A todos os amigos e companheiros da Dentística que cruzei durante minha caminhada, *Leonardo, Thiago, André, Paulo César, Cristiane, Rodrigo, Cecília, Murilo, Paulo Vinicius, Andréa, Fábio, Alessandra, Teca, Ana Paula, Marcelo, Débora, Larissa, Vanessa Arias, Vanessa Cavalli, Vanessa Bueno, Denise, César, André Reis, Maria, Marina, Adriano, Thaiane, Cintia, Giu, Giovana, Larissa e Lívia*, pelos bons momentos que passamos juntos, meus sinceros agradecimentos!

A todos os colegas e amigos da Pós-Graduação da FOP/UNICAMP pelo convívio prazeroso. Meus sinceros agradecimentos!

Aos funcionários da Dentística, *Pedro e Mônica*, pela disponibilidade e atenção, procurando sempre nos ajudar.

A todos os *Funcionários* desta Faculdade, que de alguma forma possibilitaram a realização dos cursos de mestrado e doutorado.

Enfim, a todos que, direta ou indiretamente, contribuíram para a realização deste trabalho e para os cursos de pós-graduação, meus sinceros agradecimentos!

EPÍGRAFE

“Ainda há muito que percorrer, muito que aprender, muito que ensinar. Que você descubra a arte de viver com sabedoria, para aceitar, mudar, resignar as regras da vida impostas por Deus, sempre consciente que é Dele o veredicto final.”

(Lady Foppa)

RESUMO

O objetivo do presente estudo foi avaliar o efeito do tipo de fonte de luz (Lâmpada Halógena/HAL; Diodos emissores de luz/ LED), da distância de fotoativação (2, 4 e 6 mm) e do tempo de exposição (10, 20, 40 e 60s) sobre o grau de conversão (%) de cinco sistemas adesivos comerciais (Excite/EX; Adesivo de cobertura do sistema Clearfil Protect Bond /PB; Clearfil S³ Bond/S3; Single Bond Plus/SB; Adesivo de cobertura do sistema Scotchbond Multipurpose/SBMP). Cento e cinquenta amostras dos sistemas adesivos foram distribuídas em 30 grupos (n= 5) de acordo com o sistema adesivo, fonte de luz e distância da ponteira. Amostras de 3 µl foram gotejadas sobre um cristal de seleneto de zinco e, o grau de conversão/GC mensurado através de espectrofotômetro infravermelho por transformada de Fourier equipado com dispositivo de reflectância total atenuada (faixa espectral entre 1500-1800 cm⁻¹; resolução de 8.0 cm⁻¹; velocidade de deslocamento de 2,8 mm/s). Para EX, S3 e SB, jatos de ar foram aplicados durante 20s para auxiliar a evaporação do solvente. Imagens dos espectros obtidos antes da polimerização e imediatamente após completados os determinados tempos de exposição foram utilizadas para o cálculo do GC. Os valores de GC para distância e tempo de exposição foram analisados através de análise de variância para medidas repetidas no tempo com a metodologia PROC MIXED (α= 5%). Para EX e S3, HAL resultou em melhor grau de conversão em

todos os tempos e distância de fotoativação. Quando fotoativados com HAL, SBMP, SB e PB demonstraram melhor grau de conversão a partir de 40s de fotoativação. Para S3, melhor grau de conversão foi observado após 20s de fotoativação. Quando fotoativados com LED, SBMP, SB e PB demonstraram melhor grau de conversão a partir de 20s de fotoativação. Para S3 melhor grau de conversão foi observado com o tempo máximo de fotoativação (60s). Para EX o efeito do tempo de fotoativação variou de acordo com a distância da ponta polimerizadora. *Todas as variáveis (fonte de luz, distância e tempo de exposição) foram capazes de influenciar os valores de GC. Entretanto, tempos de exposição prolongados resultaram em significativa melhoria do GC obtido para todos os sistemas adesivos testados.*

Palavras-chave: Materiais dentários, Sistemas adesivos, Fontes de luz, Tempo de exposição, Distância de fotopolimerização, Grau de conversão, Espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier.

ABSTRACT

The aim of the present study was to evaluate the effect of the type of light curing unit (Halogen Lamp/HAL; Light Emitting Diodes/LED), of the light curing distance (2, 4 and 6 mm) and of the light curing exposure time (10, 20, 40 e 60s) on the degree of conversion (%) of five commercial adhesive systems (Excite/EX; Bond component from Clearfil Protect Bond /PB; Clearfil S³ Bond/S3; Single Bond Plus/SB; Bond component from Scotchbond Multipurpose/SBMP). Hundred and fifty samples were allocated into 30 groups (n = 5) according to the type of adhesive system, light curing unit and the distance from the light unit end point. Adhesive system samples of 3 μ l were dropped on the top of a zinc selenide crystal and the degree of conversion/DC was measured using Fourier Transform Infrared Spectroscopy equipped with Attenuated Total Reflectance attachment (spectral range between 1500-1800 cm^{-1} ; resolution of 8.0 cm^{-1} ; crosshead speed of 2.8 mm/s). For EX, S3 and SB, air drying streams for 20s were used to help solvent evaporation. Spectral images obtained before polymerization and immediately after each light curing exposure time were used for DC determination. DC values for the light curing distance and exposure time were analyzed using repeated measure ANOVA with PROC MIXED methodology ($\alpha = 5\%$). For EX and S3, HAL has shown improved degree of conversion for all light exposure times and for all light curing distances. When light cured with HAL, SBMP, SB and PB have

shown improved degree of conversion following 40s of light curing exposure time. For S3, improved degree of conversion was observed after 20s of light curing exposure time. When light cured with LED, SBMP, SB and PB have shown improved degree of conversion following 20s of light curing exposure time. For S3, improved degree of conversion was observed with the ultimate light curing exposure time (60s). For EX, the effect of light curing exposure time varied according to the distance of the light curing end point. *All variables (light curing unit, light curing distance and exposure time) were able to influence the DC values. However, longer exposure times resulted in significant improvement of the DC of all adhesive systems tested in this study.*

Key Words: Dental materials, Adhesive systems, Light curing units, Exposure times, Light curing distance, Degree of conversion, Fourier Transform Infrared Spectroscopy

LISTA DE ABREVIATURAS

ANOVA	<i>Análise de variância</i>
ATR	<i>Dispositivo de reflectância total atenuada</i>
BisEMA	<i>Ethoxylated Bisphenol A Dimethacrylate</i>
BisGMA	<i>Bisphenol A Glycidyl Methacrylate</i>
DC	<i>Degree of conversion</i>
DMAEMA	<i>2-Dimethylamino Ethyl Methacrylate</i>
DPIHP	<i>Diphenyliodonium Hexafluorophosphate</i>
EX	<i>Sistema adesivo Excite</i>
FTIR	<i>Espectrofotômetro infravermelho por transformada de Fourier</i>
GC	<i>Grau de conversão</i>
HAL	<i>Lâmpada halógena</i>
HEMA	<i>2-Hydroxyethyl Methacrylate</i>
JPEG	<i>Padrão de compressão de imagens</i>
LED	<i>Diodos emissores de luz</i>
MSDS	<i>Material safety data sheets</i>
PB	<i>Sistema adesivo Clearfil Protect Bond</i>
SAS	<i>Software para análise estatística</i>
SB	<i>Sistema adesivo Single Bond Plus</i>
SBMP	<i>Sistema adesivo Scotchbond Multipurpose</i>
S3	<i>Sistema adesivo Clearfil S³ Bond</i>

TEGDMA	<i>Tetraethyleneglycol Dimethacrylate</i>
UDMA	<i>Urethane Dimethacrylate</i>
ZnSe	<i>Seleneto de zinco</i>
4E	<i>Ethyl 4-Dimethylaminobenzoate</i>

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DE LITERATURA	7
3. PROPOSIÇÃO	30
4. MATERIAIS E MÉTODOS	31
4.1 <i>Delineamento experimental</i>	31
4.1.1 <i>Unidades experimentais</i>	31
4.1.2 <i>Fatores em estudo</i>	32
4.1.3 <i>Variável de resposta</i>	34
4.2 <i>Avaliação da cinética de fotopolimerização</i>	34
4.3 <i>Cálculo do grau de conversão</i>	38
4.4 <i>Análise estatística</i>	40
5. RESULTADOS	42
6. DISCUSSÃO	47
7. CONCLUSÕES	54
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	56
ANEXOS	66
<i>Anexo 1 – MSDS dos sistemas adesivos utilizados</i>	66
1.1 <i>Excite</i>	66
1.2 <i>Single Bond Plus</i>	67
1.3 <i>Clearfil S³ Bond</i>	68
1.4 <i>Clearfil Protect Bond</i>	69
1.5 <i>Scotchbond Multipurpose</i>	70
<i>Anexo 2 – Análise de variância dos sistemas adesivos</i>	71

1. INTRODUÇÃO

Resinas de baixa viscosidade são amplamente utilizadas como agentes adesivos responsáveis por unir compósitos restauradores resinosos aos substratos dentais (Ogliari *et al.*, 2006). O mecanismo de união destes sistemas é explicado pela difusão de monômeros nas porosidades do esmalte e da dentina criadas durante a desmineralização com agentes ácidos (Ogliari *et al.*, 2006).

Os sistemas adesivos são compostos, basicamente, de misturas de monômeros hidrofílicos e/ou hidrofóbicos, que sofrem polimerização via radical livre e estabelecem a adesão de materiais sintéticos aos tecidos dentais, imersos em solventes como água, álcool ou acetona, além dos componentes do sistema iniciador (Reis *et al.*, 2007; Landuyt *et al.*, 2007; Cadenaro *et al.*, 2008; Ogliari *et al.*, 2008). Ainda podem apresentar carga, agentes antimicrobianos e agentes anticariogênicos como forma de melhorar suas características e propriedades (Reis *et al.*, 2007; Landuyt *et al.*, 2007; Shinohara *et al.*, 2009). As composições e proporções dos monômeros variam entre os diferentes sistemas adesivos, dependendo da aplicação específica e do fabricante (Anexo 1).

Eles podem ser classificados em sistemas adesivos de condicionamento total, no qual o ácido é aplicado previamente em etapa separada do sistema de união, ou sistemas autocondicionantes, que apresentam

monômeros ácidos que desmineralizam e infiltram a dentina simultaneamente (Reis *et al.*, 2007; Cadenaro *et al.*, 2008). Os sistemas adesivos de condicionamento total, que necessitam do passo prévio de condicionamento com gel de ácido fosfórico a 35-37%, são disponíveis em sistemas de dois ou três passos. Os sistemas de três passos apresentam *primer* e *bond* separadamente. O *primer* consiste, basicamente, de misturas de monômeros hidrofílicos e solventes, sendo responsável pela penetração nas porosidades do substrato dentinário desmineralizado (Reis *et al.*, 2007). O *Bond* consiste, basicamente, em monômeros hidrofóbicos e monômeros diluentes, aumentando a durabilidade da união e diminuição da sorção de água (Reis *et al.*, 2007).

Os adesivos de dois passos consistem em materiais simplificados, combinando *primer* e *bond* em um único frasco (Reis *et al.*, 2007; Loguercio *et al.*, 2009). Atualmente, existe esta tendência de eliminação dos passos do protocolo adesivo. Isto se deve ao aumento da eficiência do tempo do procedimento e redução da sensibilidade do sistema (Wang & Spencer, 2005). Entretanto, essa modificação aumenta o caráter hidrofílico dos materiais, o que pode ter implicações clínicas em longo prazo (Reis *et al.*, 2007). A falta de uma camada adesiva hidrofóbica e não diluída na interface de sistemas adesivos simplificados permite a circulação de água do substrato dentinário subjacente para o material, apresentando comportamento de membrana semi-permeável após a polimerização (Reis *et al.*, 2007; Cadenaro *et al.*, 2010).

Os sistemas adesivos autocondicionantes possuem monômeros ácidos que, simultaneamente, condicionam e infiltram a dentina (Reis *et al.*, 2007; Furuse *et al.*, em 2008). Nos adesivos autocondicionantes de dois passos, o *primer* ácido é inicialmente aplicado e contém, basicamente, monômeros ácidos, solventes e água, sendo responsável pela criação da via de acesso aos tecidos mineralizados (Reis *et al.*, 2007). Posteriormente, é aplicado o *bond*, um adesivo de cobertura que consiste, basicamente, de monômeros hidrofóbicos e monômeros diluentes, responsável pelo aumento da durabilidade da união (Reis *et al.*, 2007). Nos adesivos autocondicionantes de um passo, os monômeros ácidos são incorporados no mesmo frasco dos demais componentes, o que aumenta o caráter hidrofílico dos materiais (Reis *et al.*, 2007; Furuse *et al.*, em 2008).

Apesar das diferenças entre os sistemas adesivos e suas formulações químicas, todos são caracterizados pela reação de conversão dos monômeros, resultando em polímeros rígidos (Navarra *et al.*, 2009). Espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier (FTIR) é um método muito utilizado para caracterização do grau de conversão de materiais dentários polimerizáveis (Soh *et al.*, 2004; Gauthier *et al.*, 2005; Arrais *et al.*, 2009). O grau de conversão de adesivos dentários é um parâmetro importante, pois uma polimerização inadequada resulta em propriedades físico-mecânicas inferiores, como alta taxa de sorção de água, liberação de monômeros não reagidos e reações teciduais adversas, que resultam em potencial para desenvolvimento de cárie secundária e falha pretura da restauração (Soh *et al.*, 2004; Landuyt *et al.*, 2007; Feng *et al.*, 2009).

Além das características dos materiais, as unidades fotoativadoras influenciam significativamente a polimerização de resinas ativadas por luz. A intensidade de luz, o comprimento de onda emitido e o tempo de fotoativação são os principais fatores associados à efetividade de polimerização (Rahiotis *et al.*, 2004; Nomoto *et al.*, 2006).

Durante muitos anos as unidades fotoativadoras à base de lâmpada halógena/HAL consistiram na principal fonte de luz para ativação de resinas fotoativadas (Arrais *et al.*, 2007). Elas produzem luz por incandescência, por meio de um filamento que, quando aquecido, causa excitação dos átomos em amplo espectro. Dessa forma, filtros são necessários para restringir a luz emitida à região de luz azul do espectro (Yoon *et al.*, 2002). No entanto, apenas 0,5% da energia produzida pela lâmpada halógena é aproveitada para fotoativação, sendo 99,5% da energia gerada desnecessária e eliminada pelos filtros (Rebelatto *et al.*, 2007). Adicionalmente, alguns fatores comprometem o desempenho destas unidades, como a condição do bulbo, a condição do filtro e o superaquecimento dos equipamentos (Yoon *et al.*, 2002; Soh *et al.*, 2004; Arrais *et al.*, 2007). Esses fatores implicam na diminuição da eficiência de polimerização e vida útil destes equipamentos, resultando em materiais restauradores insuficientemente polimerizados e com propriedades físicas inferiores (Arrais *et al.*, 2007).

Como alternativa ao uso das convencionais lâmpadas halógenas, a tecnologia dos diodos emissores de luz foi desenvolvida. Estas unidades fotoativadoras utilizam semicondutores que produzem luz azul quando submetidos

a uma corrente elétrica, emitindo luz com comprimento de onda entre 450 e 490nm, com pico em 470nm (Carvalho & Turbino, 2005). Estes aparelhos são reconhecidos por utilizar e desperdiçar menos energia, possuir bateria com excelente vida útil, ótima durabilidade e mínima produção de calor (Felix *et al.*, 2006; Park *et al.*, 2005). Adicionalmente, a eficiência de polimerização não diminui e os clínicos não precisam se preocupar com constantes manutenções do equipamento (Park *et al.*, 2005).

Uma vez que a luz tenha saído da unidade fotoativadora, fatores como distância, orientação e diâmetro da ponta polimerizadora podem resultar em menor grau de conversão e, conseqüentemente, reduzir a longevidade da restauração (Cacciafesta *et al.*, 2005). Em alguns procedimentos restauradores não é possível posicionar a ponta polimerizadora próxima ao material devido a fatores como ampla profundidade cavitária, altura das cúspides e posicionamento dos dentes no arco (Rode *et al.*, 2007). Segundo Fróes-Salgado *et al.*, em 2009, a distância entre a ponta polimerizadora e o material restaurador pode ser maior que 7mm, não só pela profundidade cavitária como também pela dificuldade de posicionamento da ponteira. No entanto, a distância entre a fonte de luz e o material restaurador afeta diretamente a intensidade da luz na superfície do material, pois esta diminui com o aumento da distância da ponta polimerizadora (Cacciafesta *et al.*, 2005).

Outro fator essencial para obtenção de adequada polimerização consiste em adequado tempo de exposição, pois a quantidade de energia

luminosa absorvida pelo material (densidade de energia) é produto da intensidade de luz e do tempo de exposição (Aguiar, 2004; Giorgi *et al.*, 2008; Voltarelli *et al.*, 2009). Desta forma, com maior tempo de exposição maior a quantidade de luz que atinge o material restaurador, maior a quantidade de fotoiniciadores ativados e, conseqüentemente, maior a possibilidade de aumento do grau de conversão (Aguiar, 2004).

Sabendo que a qualidade da camada adesiva pode influenciar o desempenho da interface de união e que estas estão relacionadas com a longevidade das restaurações, a avaliação do efeito da fonte de luz, do tempo de fotoativação e da distância da ponteira sobre o grau de conversão de diferentes sistemas adesivos pode trazer informações importantes quanto aos procedimentos adesivos, que consistem em ferramentas indispensáveis na prática da odontologia adesiva.

2. REVISÃO DE LITERATURA

Em 2002, Yoon *et al.* estudaram a efetividade de polimerização de unidades fotoativadoras à base de diodos emissores de luz (LEDs) e arco de plasma quando comparados às convencionais lâmpadas halógenas, empregando espectroscopia infravermelha por transformada de Fourier/FTIR. O tempo de fotoativação foi variado de acordo com a intensidade de luz das unidades para se obter a mesma densidade de energia. Os resultados demonstraram que tanto para halógena como para LED o aumento no tempo de fotoativação de 20 para 40s resultou em aumento do grau de conversão. Para arco de plasma, o aumento de 5 para 10s de fotoativação também resultou em aumento do grau de conversão. A utilização de igual densidade de energia resultou em desempenho semelhante entre os aparelhos fotoativadores.

SOH *et al.*, em 2004, avaliaram o efeito do uso de unidades fotoativadoras à base de diodos emissores de luz (LEDs) e lâmpada halógena com diferentes intensidades (convencional, alta e muito alta) sobre o grau de conversão de uma resina composta comercial (Z100/3M ESPE). Os autores também avaliaram o efeito do uso de diferentes modos de fotoativação (pulso, contínuo, turbo e soft-start). Os resultados mostraram ausência de diferença entre as fontes de luz e entre os modos de fotoativação quando comparados ao grupo

controle (halógena de pulso contínuo convencional), concluindo que adequada polimerização pode ser conseguida com unidades fotoativadoras à base de LEDs.

BAE *et al.*, em 2005, avaliaram o efeito de diferentes proporções de BisGMA/TEGDMA (20/80, 30/70, 40/60, 50/50, 60/40, 70/30, 80/20, em peso) no grau de conversão, resistência flexural, viscosidade e resistência de união de sistemas adesivos experimentais. Os resultados mostraram que a viscosidade aumentou com o aumento do conteúdo de BisGMA. As máximas resistências de união, flexural e grau de conversão foram observadas para a proporção de 60/40 (em peso) entre BisGMA/TEGDMA. Quando maiores conteúdos de BisGMA foram utilizados, a maior viscosidade encontrada para estes sistemas resultou em uma diminuição de todos estes parâmetros. Assim, os autores concluíram que as propriedades de um sistema adesivo podem afetar sua resistência de união à dentina.

Em 2005, CACCIAFESTA *et al.* estudaram o efeito da distância da ponta polimerizadora (0, 3 e 6 mm) na união de brackets à superfície de esmalte, utilizando lâmpada halógena de alta intensidade (Astralis/Ivoclar Vivadent), diodos emissores de luz (e-Light/GC) e arco de plasma (PAC System/American Dental Technologies). Os resultados evidenciaram que nas distâncias de 3 e 6 mm, o uso de e-Light resultou em menor união ao esmalte. Adicionalmente, e-Light demonstrou diferença significativa entre as distâncias de 0 e 6 mm. O mesmo padrão foi observado para PAC System. O uso de arco de plasma demonstrou melhor união com o aumento da distância. Desta forma, os autores concluíram

que o uso de PAC System é sugerido, enquanto o uso de e-Light não é recomendado.

CADENARO *et al.*, em 2005, correlacionaram a extensão de polimerização com a permeabilidade de adesivos (OptiBond FL/Sybron-Kerr, One-Step/Bisco, Clearfil Protect Bond/Kuraray e Xeno III/Dentsply) através do grau de conversão e microdureza. De acordo com os resultados, a extensão de polimerização aumentou com o aumento do tempo de exposição. Após 20s de fotoativação, OptiBond apresentou a maior extensão de polimerização, sendo os menores valores obtidos por One-Step e Xeno III. A avaliação de microdureza demonstrou aumento nos valores entre 20 e 40s de fotoativação, para todos os adesivos. A correlação entre microdureza e grau de conversão demonstrou-se significativa. Todos os adesivos apresentaram redução na permeabilidade com o aumento do tempo de exposição. Maior valor de permeabilidade foi observado para Xeno III. Grau de conversão e microdureza demonstraram uma correlação inversa com a permeabilidade. Desta forma, concluíram que a fotoativação por tempos maiores que os recomendados pelos respectivos fabricantes resultam em redução da permeabilidade. Adicionalmente, concluíram que polimerização incompleta e permeabilidade são acentuadas em adesivos simplificados.

CARVALHO & TURBINO, em 2005, avaliaram resistência de união de um sistema adesivo convencional (Scotchbond Multipurpose/3M ESPE) e um autocondicionante (Clearfil SE Bond/Kuraray) fotopolimerizados por luz halógena (Degulux/Degussa Hills) e LED (Kerr Demetron). Os autores observaram maior

resistência de união para o sistema adesivo convencional polimerizado com luz halógena. Desta forma, concluíram que para a utilização de unidades fotoativadoras à base de LED é necessário considerar também a intensidade da fonte de luz e o tempo de exposição. Adicionalmente, concluíram que sistemas adesivos autocondicionantes não apresentam o mesmo desempenho que sistemas convencionais.

ARAVAMUDHAN *et al.*, em 2006, testaram a hipótese de que a intensidade de luz e grau de conversão diminuem com o aumento da distância, sendo este declínio dependente das características individuais das unidades fotoativadoras. Utilizando quatro unidades fotoativadoras à base de LED (Flashlite 1001/Discus Dental, Elipar Freelight 2/3M ESPE, Smartlite/Dentsply e Ultralume 5/Ultradent) e uma à base de lâmpada halógena (Optilux 501/Demetron), a redução na intensidade de luz e sua correlação com o grau de conversão foi determinada com o aumento da distância da ponta polimerizadora (0 à 10 mm). Os autores demonstraram que, apesar de todas as fontes de luz apresentarem diminuição da intensidade com o aumento da distância, a proporção desta perda não foi semelhante para todas as unidades. Elipar Freelight 2 apresentou a maior redução no grau de conversão na distância de 10 mm quando comparado à 0 mm. A relação entre intensidade e grau de conversão foi significativa para todas as fontes de luz. Smartlite e Optilux 501 demonstraram menor divergência do feixe de luz na distância de 10 mm. Assim, concluíram que para compensar a redução da intensidade com o aumento da distância o tempo de fotoativação deve ser

aumentando, na tentativa de manter o nível de energia total fornecido para o material restaurador.

HASHIMOTO *et al.*, em 2006, avaliaram a resistência de união, permeabilidade e falhas marginais de dois sistemas adesivos de condicionamento ácido (Excite/Ivoclar Vivadente, OptiBond Solo Plus/Kerr) quando aplicados erroneamente (técnica úmida sem evaporação adequada de solvente e dentina excessivamente desidratada). Os resultados demonstraram que o grupo controle apresentou resistência de união significativamente maior, para ambos os adesivos. A permeabilidade demonstrou-se similar para o grupo controle e dentina desidratada, para ambos os adesivos. Entretanto, maior permeabilidade foi registrada para o grupo sem evaporação de solvente. Para ambos os adesivos, o grupo controle demonstrou mínima absorção do nitrato de prata. Inversamente, intensa absorção do nitrato de prata foi observada para os grupos aplicados erroneamente. Desta forma, concluíram que o aumento do tempo de volatilização dos adesivos de técnica úmida resulta em aumento da resistência de união, diminui a permeabilidade e a formação de fendas.

JACOBSEN *et al.*, em 2006, avaliaram o efeito de diferentes tempos de volatilização (0, 5, 10 e 20s) na resistência de união, padrão de fratura e formação de fendas marginais de quatro sistemas adesivos autocondicionantes de frasco único (G-Bond/GC, Hybrid Bond/Sun Medical, iBond/Heraeus Kulzer, Clearfil S3 Bond/Kuraray e Clearfil Protect Bond/Kuraray-Controle). Os autores observaram que a resistência de união e o número de restaurações livres de fendas

aumentaram significativamente após volatilização por 10s ou mais. Falhas adesivas foram encontradas após 0 ou 5s. Após maiores tempos de volatilização houve uma mudança dos padrões de fratura para coesivos, tanto na dentina quanto na resina. Desta forma, concluíram que as recomendações dos respectivos fabricantes precisam ser revistas.

Baseados na hipótese de que camadas inibidas por oxigênio pouco espessas podem causar a diminuição da resistência de união, KIM *et al.*, em 2006, avaliaram o efeito do aumento do grau de conversão, através do aumento do tempo de fotoativação (10, 20, 30 e 60s), na resistência de união à dentina de dois sistemas adesivos comerciais (All Bond 2/Bisco e One Step/Bisco). Os autores observaram que o aumento da energia total fornecida aos materiais, através do aumento do tempo de fotoativação, resultou em aumento do grau de conversão, mas também em diminuição da espessura da camada inibida pelo oxigênio. Adicionalmente, a diminuição na espessura desta camada demonstrou-se positivamente correlacionada com a resistência de união. O tempo de fotoativação demonstrou-se independente do material utilizado. Ambos os adesivos obtiveram maior resistência de união quando fotoativados pelo tempo recomendado pelo fabricante (20s para All Bond 2 e 10s para One Step). A diminuição da espessura da camada inibida pelo oxigênio através da fotoativação por 30 e 60s resultou em defeitos na interface entre camada adesiva e resina composta. Os autores concluíram que uma adequada espessura da camada inibida pelo oxigênio é necessária para adequada união da resina composta à camada adesiva. Para

obter máxima resistência de união, os tempos de fotoativação recomendados pelos respectivos fabricantes devem ser respeitados.

SCHNEIDER *et al.*, em 2006, investigaram a influência de três fontes de luz (lâmpada halógena/XL 2500/3M ESPE, arco de plasma/Apollo 95E/DMD e Ultrablue/DMC) e diferentes condições de irradiação (tempo de fotoativação indicado pelos fabricantes, densidade de energia padronizada e densidade de energia padronizada na banda de absorção da canforoquinona) no grau de conversão inicial (24h) e pós-cura (1 mês) de uma resina composta (Z250/3M ESPE). Os resultados demonstraram que tanto para o grau de conversão inicial quanto para o tardio, apenas luz halógena e LED não diferiram em nenhuma das condições de irradiação testadas. Desta forma concluíram que, dependendo da condição de irradiação aplicada, as diferentes fontes de luz podem resultar em valores de grau de conversão significativamente diferente.

XU *et al.*, em 2006, avaliaram o efeito da polimerização com intensidade de luz reduzida, através do aumento da distância da ponta polimerizadora (0, 2.3, 4.6 e 6.9 mm), sobre a resistência de união à dentina e grau de conversão de uma resina composta comercial (Z100/3M ESPE). Os resultados demonstraram que a resistência de união diminui significativamente com o aumento da distância. Apesar da diminuição da irradiância com o aumento distância, o aumento do tempo de fotoativação (de 20 para 40 ou 60s) foi capaz de compensar esta diminuição na intensidade de luz. Desta forma, os autores concluíram que para a polimerização dos adesivos e da primeira camada de

resina composta em caixas proximais profundas, o tempo de fotoativação deve ser aumentando para 40 ou 60s, na tentativa de assegurar uma polimerização adequada.

Em 2007, ARRRAIS *et al.* avaliaram o grau de conversão de dois sistemas adesivos (Single Bond/3M ESPE e Clearfil SE Bond/Kuraray) fotoativados com LED (Freelight 1/3M ESPE) e luz halógena (XL 3000/3M ESPE). Os autores observaram que o grau de conversão obtido por Single Bond foi maior que o obtido para Clearfil SE Bond. Além disto, o grau de conversão de ambos os adesivos foi afetado pela unidade fotoativadora utilizada, apresentando LED desempenho inferior. As análises realizadas após uma semana exibiram valores elevados quando comparadas às análises obtidas imediatamente após a polimerização. Os autores concluíram que a fotoativação com LED não produz resultados similares aos obtidos por luz halógena.

ATAI *et al.*, em 2007, sintetizaram e caracterizaram um novo monômero resinoso uretano dimetacrilato para aplicações odontológicas e avaliaram sua cinética e contração de polimerização. Os sistemas contendo o novo monômero demonstraram maior grau de conversão dentre as misturas testadas (BisGMA, UDMA, Bis-GMA/TEGDMA e UDMA/TEGDMA). Os resultados também demonstraram baixa tensão de contração para este monômero. Desta forma, os autores concluíram que as propriedades deste novo monômero são favoráveis, consistindo em uma alternativa viável não só para materiais restauradores

dentários como também para outras aplicações que necessitam de mínima contração de polimerização.

HOLMES *et al.*, em 2007, estudaram o efeito do tipo (etanol e acetona) e conteúdo de solvente (1, 2.5, 5, 7.5, 10 e 13 M) no grau de conversão de um adesivo experimental. Os autores observaram que pequenas quantidades de ambos os solventes (1 até 5 M para acetona; 1 até 2.5 M para etanol) foram capazes de aumentar os valores de grau de conversão. Após atingir valor máximo, ambos os sistemas demonstraram queda nos valores de conversão, aproximando-se de 0 para os grupos contendo 13 M. Houve diferença entre os solventes apenas nas concentrações de 2.5 e 5 M, sendo os valores para acetona significativamente superiores.

Em 2007, POLYDOROU *et al.* avaliaram a profundidade de polimerização de dois compósitos restauradores (Tetric Ceram/Ivoclar Vivadent cor-Control; Adamant/Ivoclar Vivadent; QuiXfil/Dentsply) utilizando unidades fotoativadoras de lâmpada halógena (Elipar Highlight/3M ESPE) (fotoativação por 20 e 40s) e LED (Smartlite PS/Dentsply, Ultralume 5/Ultradent) (fotoativação por 10 e 20s), através da avaliação de microdureza Knoop. Para Tetric Ceram, na profundidade de 2,5 mm, a polimerização com halógena resultou em maior microdureza. Ultralume 5 demonstrou menor microdureza comparado à Smartlite quando 10s de exposição foi utilizado. Não houve diferença entre as unidades à base de LED após 20s de fotoativação. Para QuiXfil e Adamant, Smartlite alcançou maior profundidade de polimerização quando compara à Ultralume 5 e

halógena. Os autores concluíram que as unidades fotoativadoras à base de LED foram capazes de, ao menos, alcançar semelhante profundidade de polimerização que lâmpadas halógenas em menor tempo de exposição.

RODE *et al.*, em 2007, estudaram o efeito da distância da ponta polimerizadora (0, 3, 6 e 9 mm) na profundidade de polimerização (0, 1, 2, 3 e 4 mm), através das análises de microdureza e grau de conversão, de uma resina composta (Z250/3M ESPE) fotoativada com luz halógena (Degulux/Degussa), laser de argônio (AccuCure 3000/Lasermed) e LED (Elipar Freelight 2/3M ESPE). Os resultados obtidos demonstram que quanto maior a distância da ponta polimerizadora, maior a diminuição nos valores de microdureza e grau de conversão. Adicionalmente, o aumento da espessura da resina composta também resulta na diminuição da microdureza e grau de conversão. Todas as fontes de luz demonstram semelhantes microdureza e grau de conversão desde que a espessura não ultrapasse 1 mm e a distância máxima da ponta polimerizadora não ultrapasse 3 mm. Os dados obtidos demonstraram alta correlação entre microdureza e grau de conversão.

SANTOS *et al.*, em 2007, analisaram a profundidade de polimerização obtida por unidades fotoativadoras à base de lâmpada halógena (Optilux 401/Demetron) e LED (Ultraled/Dabi Atlante) através das análises de microdureza Knoop e grau de conversão de uma resina composta comercial (Filtek Z250/3M ESPE). Os autores observaram a ausência de diferença entre as fontes de luz até 1 mm de profundidade. Para halógena, houve uma discreta diminuição dos valores

de microdureza a partir de 4 mm. Para LED, esta diminuição se iniciou aos 2 mm de profundidade. Quanto ao grau de conversão, o comportamento do material demonstrou-se semelhante aos resultados obtidos na análise de dureza. Tanto para microdureza Knoop quanto para grau de conversão, os valores de LED foram discretamente menores.

YE *et al.*, em 2007 (A), estudaram o efeito da fonte de luz e irradiância (lâmpada halógena com alta intensidade e LED com intensidade muito alta) sobre o grau de conversão de 3 sistemas adesivos comerciais contendo diferentes fotoiniciadores (Single Bond/3M ESPE, One-Up Bond/Tokuyama, Adper Prompt/3M ESPE). Os resultados mostraram que a taxa de polimerização de Single Bond e OneUp Bond foram mais rápidas que a taxa de Adper Prompt. Para Single Bond e OneUp Bond, a alta intensidade de LED resultou em uma diminuição da eficiência de polimerização. Entretanto, o grau de conversão de Adper Prompt aumentou com o aumento da irradiância, especialmente com o uso de LED.

YE *et al.*, em 2007 (B), avaliaram a hipótese de que o solvente incorporado em sistemas adesivos modelo à base de Bis-GMA antes da polimerização é capaz de diminuir o grau de conversão, interromper a formação de uma adequada cadeia polimérica e resultar em propriedades mecânicas reduzidas. Para isto, foram avaliadas a resistência à tração, módulo de elasticidade, percentual de alongamento e grau de conversão. Os resultados demonstraram que houve mínima diferença no grau de conversão do sistema

adesivo modelo na presença de etanol entre 0 a 40%, em peso. Entretanto, houve diferenças significantes nas propriedades mecânicas, tendo a resistência à tração e o módulo de elasticidade diminuído com o aumento do conteúdo de etanol. Porém, o percentual de alongamento aumentou com aumento do conteúdo de etanol. Os autores concluíram que os adesivos modelos, apesar de demonstrarem grau de conversão independente da concentração de etanol, apresentaram propriedades mecânicas significantemente afetadas por este conteúdo.

Em 2008, BORTOLOTTO *et al.* avaliaram o ângulo de contato, penetração do adesivo e formação de fendas, em esmalte e dentina, de cinco sistemas adesivos autocondicionantes experimentais de um passo que diferem entre si pelo conteúdo de HEMA (0, 2, 5, 10 e 20%, em massa). Tanto para a superfície de esmalte quanto para a superfície de dentina, os ângulos de contatos diminuíram com o aumento do conteúdo de HEMA. Em esmalte, maior ângulo de contato foi observado para 0 e 2% de HEMA. O menor ângulo de contato foi observado para o conteúdo de 20%. A maior penetração de adesivo foi observada para 20% de HEMA, diferindo significantemente do grupo sem HEMA. Comportamentos semelhantes foram observados para a superfície de dentina. Correlação positiva foi observada entre ângulo de contato, penetração e conteúdo de HEMA em ambos os substratos dentários. Em formulações para dentina, 10% de HEMA resultou em interfaces sem fendas e sem condensação de precipitados de prata.

Em 2008, CADENARO *et al.* correlacionaram a extensão de polimerização de cinco sistemas adesivos experimentais (R1 e R2/similares à sistemas adesivos de condicionamento ácido de 3 passos; R3/similar à sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos; R4 e R5/similares à sistemas adesivos autocondicionantes de um passo) com seus respectivos conteúdos de solvente (0, 30, 50, 70 e 90%, em massa, de etanol). De acordo com os resultados obtidos, o grau de conversão de todos os sistemas adesivos foi influenciado pela porcentagem de etanol e tempo de polimerização. 30% (em massa) de etanol demonstrou o maior grau de conversão independente do tempo. 50% (em massa) de etanol obteve maior valor final de grau de conversão. Maiores porcentagens de etanol (70 e 90%, em massa) resultaram em menor grau de conversão independente do tempo. Não houve diferença significativa sobre o grau de conversão após 60s de fotoativação. Os autores concluíram que quantidades acima de 30% (em massa) de etanol resultaram em diminuição do grau de conversão, provavelmente comprometendo a extensão de polimerização.

CALHEIROS *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito do aumento da irradiância (3, 6, 12, 24 e 48 J/cm²) através do aumento do tempo de exposição (6, 12, 24, 48 e 96s) no grau de conversão, taxa de polimerização e estresse de polimerização de uma resina composta experimental. O grau de conversão do topo das amostras aumentou significativamente com o aumento da irradiância, exceto entre 24 e 48 J/cm². O grau de conversão da base das amostras aumentou significativamente para todas as irradiâncias testadas. Em todas as irradiâncias

houve diferença significativa entre o grau de conversão do topo e base das amostras. O estresse de polimerização aumentou significativamente com o aumento da irradiância. Entretanto, a taxa de polimerização máxima não variou com o aumento da irradiância, tanto para a base como para o topo das amostras. Para todas as irradiâncias testadas a taxa de polimerização foi maior na superfície de topo das amostras.

FURUSE *et al.*, em 2008, testaram a influência de diferentes tempos de volatilização (controle, metade do valor controle e dobro do valor controle) na resistência de união e padrão de fratura de sete adesivos autocondicionantes (Adper Prompt L-Pop, Clearfil S3 Bond, Futurabond NR, G-Bond, Hybrid Bond, iBond e Xenon III). O efeito do tempo de volatilização demonstrou-se significativo e maior quantidade de falhas coesivas/menor quantidade de falhas adesivas foram observadas em maiores tempos de volatilização. Os autores também observaram que Clearfil S3 Bond apresentou a maior resistência de união, apresentando também menor quantidade de falhas adesivas. Houve uma significativa correlação negativa entre o número de falhas adesivas e a resistência de união.

GIANNINI *et al.*, em 2008, avaliaram o efeito de diferentes técnicas para evaporação de solvente (evaporação por 30s, evaporação por 60s, evaporação por 30s seguida de jato de ar por 10s, evaporação por 60s seguida de jato de ar por 10s) no grau de conversão de sete sistemas simplificados (Excite/Ivoclar Vivadent, One Step/Bisco, OptiBond Solo Plus/Kerr, Prime&Bond 2.1/Dentsply, Prime&Bond NT/Dentsply, Single Bond/3M ESPE, Single Bond Plus/3M ESPE). O

grau de conversão obtido por OptiBond Solo Plus, Prime&Bond 2.1, Prime&Bond NT e Single Bond Plus não foi afetado pelas diferentes condições de evaporação. Excite não demonstrou necessidade de volatilização por jato de ar para atingir maior grau de conversão. One Step e Single Bond apresentaram maior grau de conversão após a volatilização por jato de ar. Os autores concluíram que, para alguns sistemas adesivos, uma inadequada etapa de volatilização pode interferir na polimerização, reduzindo a conversão dos monômeros.

Em 2008, GUO *et al.*, pesquisaram o efeito do conteúdo de água na taxa de polimerização e grau de conversão de um adesivo experimental contendo BisGMA/HEMA e diferentes sistemas fotoiniciadores. Os autores observaram que para misturas contendo sistemas fotoiniciadores de dois componentes, com canforoquinona/DMAEMA, o grau de conversão foi acentuadamente diminuído com o aumento do conteúdo de água. O grau de conversão de canforoquinona/DMAEMA foi menor que canforoquinona/4E na presença de água. Com o uso de sistemas de três componentes, a adição de DPIHP resultou em aumento da conversão para todas as misturas na presença de água. A adição de DPIHP resultou em maior valor de grau de conversão quando adicionado à canforoquinona/DMAEMA. Misturas contendo sistemas de dois componentes atingiram máxima conversão após 40s de fotoativação. A adição de DPIHP reduziu este tempo para 20s de ativação. Desta forma, concluíram que a seleção e combinação de componentes para o sistema fotoiniciador deve ser baseada no

comportamento de polimerização dos monômeros resinosos, tanto em condições de umidade quanto em condições de ausência de água.

Em 2008, IKEDA *et al.* avaliaram o efeito de diferentes tempos de volatilização (0, 5 e 10s) na resistência de união de três sistemas adesivos autocondicionantes de um único passo (iBond/Heraeus Kulzer, G-Bond/GC e Clearfil S3 Bond/Kuraray). Os resultados demonstraram que maior tempo de volatilização aumenta significativamente o grau de evaporação dos solventes. Adicionalmente, maior resistência de união foi observada após 10s de volatilização. Apesar de Clearfil S3 ter demonstrado menor taxa de volatilização, demonstrou maior resistência de união. Os autores concluíram que o tempo de volatilização demonstrou uma capacidade significativa na remoção dos solventes.

Em 2008, KLEIN-JÚNIOR *et al.* estudaram o efeito de jatos de ar aquecidos ou não para volatilização de solventes na resistência de união, formação de fenda marginal, grau de conversão e taxa de evaporação de sistemas adesivos contendo diferentes solventes (Single Bond/3M ESP/etanol e água; Prime&Bond 2.1/Dentsply/Acetona). Os autores demonstraram que maior resistência de união foi observada para ambos os adesivos volatilizados com jato de ar aquecido. Entretanto, este aumento não foi estatisticamente significativo para Prime&Bond. Tanto para Single Bond quanto para Prime&Bond, a penetração do nitrato de prata para os grupos que utilizaram jato de ar aquecido não demonstrou tanta magnitude. Apenas para Single Bond a aplicação de jato de ar aquecido favoreceu a evaporação de solvente, resultando em maior grau de conversão.

Desta forma, concluíram que a utilização de jato de ar aquecido parece ser uma ferramenta útil para melhora na qualidade da união dentina-resina, principalmente para sistemas adesivos contendo etanol. Sendo esta melhora atribuída à maior volatilização dos solventes e não ao maior grau de conversão.

SANTINI & MILETIC, em 2008, quantificaram a dentina desmineralizada, penetração do adesivo e grau de conversão de sistemas adesivos autocondicionantes (AdheSE e AdheSE One/Ivoclar Vivadent) utilizando um sistema adesivo de condicionamento total como controle (Excite/Ivoclar Vivadent). Os resultados demonstraram diferença estatisticamente significativa na profundidade de desmineralização entre todos os sistemas adesivos testados (Excite > AdheSE > AdheSE One). A análise de grau de conversão demonstrou padrão semelhante entre todos os adesivos para os resultados da camada adesiva. Na avaliação da camada híbrida, AdheSE resultou em maior grau de conversão, seguida do comportamento intermediário de Excite e do comportamento inferior de AdheSE One. Significante redução nos valores de grau de conversão foi observada na camada híbrida, para todos os adesivos testados. O sistema adesivo de condicionamento ácido (Excite) demonstrou maior profundidade de penetração do adesivo. Todos os sistemas adesivos apresentaram discrepância entre dentina desmineralizada e penetração do adesivo, sendo esta mais proeminente para Excite (30%). Este também apresentou maior quantidade de monômeros não reagidos. Desta forma, os autores concluíram que o sistema adesivo autocondicionante de dois passos

(AdheSE) é superior aos outros adesivos testados, considerando os parâmetros testados neste estudo.

TORNO *et al.*, em 2008 avaliaram o efeito da irradiância, comprimento de onda e calor gerado por diferentes fontes de luz (Optilux 501, Optilux 501 com ponta turbo e LEDemetron1/Kerr; Elipar Freelight 2/3M ESPE; Radium/SDI; Ultrablue Is e Ultrablue/DMC; Ultraled XP e Ultraled/Dabi Atlante; Optilight LD III/Gnatus) na microdureza de uma resina composta híbrida (Charisma/Heraeus Kulzer). Os resultados demonstraram que as fontes de luz com maior irradiância foram: Elipar Freelight 2, LEDemetron 1, Radium e Ultrablue Is, seguidos das unidades de lâmpada halógena com pontas convencional e turbo. Conforme esperado, as unidades fotoativadoras à base de lâmpada halógena apresentaram maior aumento de temperatura, seguidas das unidades à base de LED com alta intensidade. Apenas LEDemetron 1 e Elipar Freelight 2 apresentaram razão de microdureza entre superfície de base/superfície de topo maior que 80%, seguidos das unidades com luz halógena. LEDs de baixa intensidade demonstraram valores de dureza inferiores para a superfície de base. Foi observada correlação linear entre grau de conversão e irradiância.

Em 2009, CADENARO *et al.* estudaram o efeito do conteúdo residual de etanol após a volatilização na taxa e grau de conversão de diferentes sistemas adesivos experimentais (R1 e R2/similares à sistemas adesivos de condicionamento ácido de 3 passos; R3/similar à sistemas adesivos autocondicionantes de 2 passos; R4 e R5/similares à sistemas adesivos

autocondicionantes de um passo), contendo 10, 20 e 30% (em massa) de etanol, fotoativados por diferentes tempos (20, 40 e 60s). Os resultados demonstraram que o tempo de exposição foi significativo para todos os sistemas adesivos. O aumento do tempo de exposição resultou em aumento do grau de conversão. A adição de etanol resultou em aumento do grau de conversão, exceto para R1. A taxa de polimerização máxima diminuiu com o aumento da concentração de etanol. A adição de etanol 10% não demonstrou efeito no tempo necessário para atingir a máxima taxa de polimerização. Entretanto, a adição de etanol 20% e, especialmente, 30%, aumentou significante este tempo. O menor conteúdo residual de etanol foi observado no grupo com a maior concentração de etanol, ou seja, 30%.

Em 2009, FRÓES-SALGADO *et al.* analisaram o efeito do protocolo de fotoativação (contínuo ou soft-start) e distância da ponta polimerizadora (0, 3 e 7 mm) no grau de conversão e fenda marginal de uma resina composta (Esthet-X/Dentsply). Os resultados apresentaram menor grau de conversão para 7 mm de distância. Entretanto, o aumento da distância para 7 mm resultou em diminuição da formação de fendas quando comparada a 0 mm. Para a maior intensidade de luz testada (600 mW/cm^2) houve redução na formação de fendas em distâncias maiores que 3 mm. O número de fendas foi reduzido com o uso do protocolo soft-start quando comparado ao contínuo com alta irradiância, exceto para a distância de 3 mm. Não houve diferença entre os 3 protocolos de fotoativação quando 3 mm de distância foi utilizado. Assim, os autores concluíram que o protocolo de

fotoativação soft-start é capaz de reduzir a formação de fendas marginais quando a intensidade de luz inicial é reduzida com ao aumento da distância de polimerização.

GONÇALVES *et al.*, em 2009, analisaram o efeito de diferentes conteúdos de Bis-GMA, TEGDMA e Bis-EMA no grau de conversão, viscosidade e resistência flexural de resinas compostas experimentais. Os resultados demonstraram que a substituição parcial ou total de TEGDMA por Bis-EMA resultou em aumento significativo da viscosidade. Misturas contendo TEGDMA demonstraram maior grau de conversão quando comparadas à misturas contendo Bis-EMA. Adicionalmente, misturas contendo estes dois co-monômeros apresentaram grau de conversão intermediário. Padrão semelhante foi observado para a análise de resistência flexural. Os autores concluíram que a melhor conciliação entre grau de conversão e resistência flexural foi obtida pelos materiais contendo, no mínimo, 50% em massa de Bis-GMA e, como co-monômeros, tanto TEGDMA quanto a mistura TEGDMA/Bis-EMA (em concentrações iguais). A substituição total de TEGDMA por Bis-EMA afeta negativamente o grau de conversão e a resistência flexural de compósitos.

LOGUERCIO *et al.*, em 2009, estudaram a resistência de união à dentina (úmida e desidratada), grau de conversão e resistência à tensão de sistemas adesivos de condicionamento ácido de dois passos à base de etanol (OptiBond Solo Plus/Kerr), etanol/água (Single Bond/3M ESPE) e acetona (One Step/Bisco), na presença e ausência de seus respectivos solventes. Os resultados

demonstraram maior resistência de união para Single Bond e One Step, independente da presença ou ausência de solvente. Entretanto, baixa resistência de união foi observada para a versão sem solvente de OptiBond Solo quando comparada à versão com solvente. A análise de resistência à tensão demonstrou valores significativamente inferiores para todos os adesivos em suas versões com solvente. O grau de conversão de Single Bond e OptiBond Solo demonstrou-se maior que o grau de conversão de One Step em suas versões contendo solvente. Nas versões livre de solvente, houve um aumento significativo no grau de conversão de One Step, enquanto houve diminuição no grau de conversão de OptiBond Solo. Os autores concluíram que a presença de solvente não é essencial para Single Bond e One Step resultarem em alta resistência de união tanto à dentina úmida quanto desidratada, desde que aplicados vigorosamente. Apesar da significativa melhora na resistência à tensão ser observada para todos os adesivos nas versões sem solventes, melhora no grau de conversão foi observada apenas para One Step.

Em 2009, LOPES *et al.* estudaram o efeito da fotoativação contínua (com intensidades alta, média e baixa) e pulso-tardio (com intervalos de 1 e 3 min) sobre o grau de conversão, resistência flexural, módulo flexural e densidade de ligações cruzadas de uma resina composta modelo (Bis-GMA/TEGDMA). Os resultados demonstraram menor grau de conversão para pulso-tardio com intervalo de 1 minuto. Fotoativação com pulso contínuo de alta e média intensidade demonstraram semelhante resistência flexural. Apenas pulso contínuo

de alta intensidade demonstrou maior módulo flexural. Este também demonstrou maior quantidade de ligações cruzadas, enquanto pulso-tardio com intervalo de 3 mm demonstrou menor número. Os autores concluíram que o uso de diferentes protocolos de ativação gera polímeros com diferentes propriedades, devido a diferentes cinéticas da reação de polimerização.

Em 2009, MILETIC *et al.* quantificaram a liberação de monômeros de diferentes sistemas adesivos (Excite/Ivoclar Vivadent, Admira/Voco, Clearfil SE Bond/Kuraray, Filtek Silorane/3M ESPE, Clearfil S³ Bond/Kuraray) através de cromatografia líquida de alta eficiência e correlacionaram esta liberação com grau de conversão. Os resultados demonstraram que 90% da liberação de monômeros ocorre na primeira hora após imersão. Em nenhum dos adesivos testados houve perda de Bis-GMA após 7 dias. Quanto maior a quantidade de Bis-GMA liberado, maior também a quantidade de HEMA. TEGDMA apresentou liberação mais rápida que Bis-GMA. Em todos os grupos testados, o grau de conversão foi maior após 24h e 7 dias quando comparado ao obtido imediatamente após a fotoativação. Os autores concluíram que diferentes sistemas adesivos apresentam diferentes cinéticas de liberação de monômeros. Para todos os sistemas adesivos testados o grau de conversão aumenta após a liberação dos monômeros não reagidos, mas não existe uma correlação direta entre estes parâmetros.

SHINOHARA *et al.*, em 2009, avaliaram o efeito de adesivos contendo flúor na resistência de união à dentina (após 24h e 3 meses), inibição de cárie secundária (após 24h e 3 meses) e grau de conversão (após 24 e 1 mês).

Scotchbond Multipurpose e Clearfil SE Bond demonstraram maior resistência de união quando comparados à Clearfil Protect Bond, após 24h. A estocagem pelo período de 3 meses afetou negativamente a resistência de união de Scotchbond Multipurpose. Para Clearfil SE Bond os valores mantiveram-se e, para Clearfil Protect Bond, houve aumento na resistência de união. Scotchbond Multipurpose e Clearfil SE Bond apresentaram falhas entre a camada híbrida e camada adesiva. Para Clearfil Protect Bond, houve predominância de falhas entre camada adesiva e resina composta. Clearfil Protect Bond demonstrou os menores valores de grau de conversão. A inibição de cárie só foi observada somente com o uso de Clearfil Protect Bond, tanto para 24h como após 3 meses de estocagem. Desta forma, os autores concluíram que o flúor pode ser considerado um componente importante de sistemas adesivos para garantir o sucesso das restaurações a longo prazo.

CERVEIRA *et al.*, em 2010, pesquisaram a dureza e o grau de conversão de uma resina composta ortodôntica (Transbond XT/3M ESPE) quando fotopolimerizada com lâmpada halógena (XL 3000/ 3M ESPE) ou LED (Ortholux 3M ESPE), com diferentes tempos de exposição (halógena: 10, 20 e 30s; LED: 5, 10 e 15s). Os resultados de grau de conversão demonstraram que não houve diferença entre os diferentes tempos para halógena. Entretanto, menor grau de conversão foi obtido para LED com 5s de exposição. Os resultados de microdureza Knoop demonstraram que LED utilizando 15s não diferiu dos grupos que utilizaram lâmpada halógena. Os autores concluíram que a utilização de LED permitiu uma redução de 50% no tempo de fotoativação.

3. PROPOSIÇÃO

O objetivo do presente estudo foi avaliar a eficiência de polimerização de duas fontes de luz (HAL e LED) com diferentes tempos de fotoativação (10, 20, 40 e 60s) e diferentes distâncias da ponta polimerizadora (2, 4 e 6 mm), sobre o grau de conversão de diferentes sistemas adesivos comerciais (Excite/Ivoclar Vivadent, Single Bond Plus/3M ESPE, Clearfil S³ Bond/Kuraray, Clearfil Protect Bond/Kuraray e Scotchbond Multipurpose/3M ESPE).

4. MATERIAIS E MÉTODOS

4.1 Delineamento experimental

4.1.1 Unidades experimentais

- 150 amostras de 3 µl de adesivo (n= 5)

Para este estudo, os seguintes sistemas adesivos foram utilizados:

- Excite (Ivoclar Vivadent AG, Bändererstrasse, Schaan, Liechtenstein)
- Single Bond Plus (3M ESPE, Irvine, California, USA)
- Scotchbond Multipurpose Adhesive (3M ESPE, St. Paul, MN, USA)
- Clearfil Protect Bond Adhesive (Kuraray Medical Inc., Karashiki, Okayama, Japan)
- Clearfil S³ Bond (Kuraray Medical Inc., Karashiki, Okayama, Japan)

A composição de cada sistema adesivo encontra-se no Anexo 1 e as descrições de uso na Tabela 1.

Tabela 1- Descrição de uso dos sistemas adesivos utilizados.

MATERIAL	Classificação	Metodologia experimental
Excite	Autocondicionante de dois passos	Volatilização de uma gota durante 20s; Utilização de 3µl; Fotoativação até 60s.
Single Bond Plus	Autocondicionante de dois passos	Volatilização de uma gota durante 20s; Utilização de 3µl; Fotoativação até 60s.
Scotchbond Multipurpose	Autocondicionante de três passos	Utilização de 3µl do <i>adesivo</i> ; Fotoativação até 60s.
Clearfil Protect Bond	Autocondicionante de dois passos	Utilização de 3µl do <i>adesivo</i> ; Fotoativação até 60s.
Clearfil S³ Bond	Autocondicionante de um passo	Volatilização de uma gota durante 20s; Utilização de 3µl; Fotoativação até 60s.

4.1.2 Fatores em estudo

- Fontes de Luz em dois níveis (HAL e LED)
- Distância de fotoativação em três níveis (2, 4 e 6 mm)
- Tempo de fotoativação em quatro níveis (10, 20, 40 e 60s)

As fontes de luz testadas foram (Figura 1): Lâmpada Halógena (Optilux 501, Demetron/Kerr Corp., Orange, CA, USA) e Diodos emissores de luz/LED (Elipar Freelight 2, 3M ESPE, Seefeld, Germany).

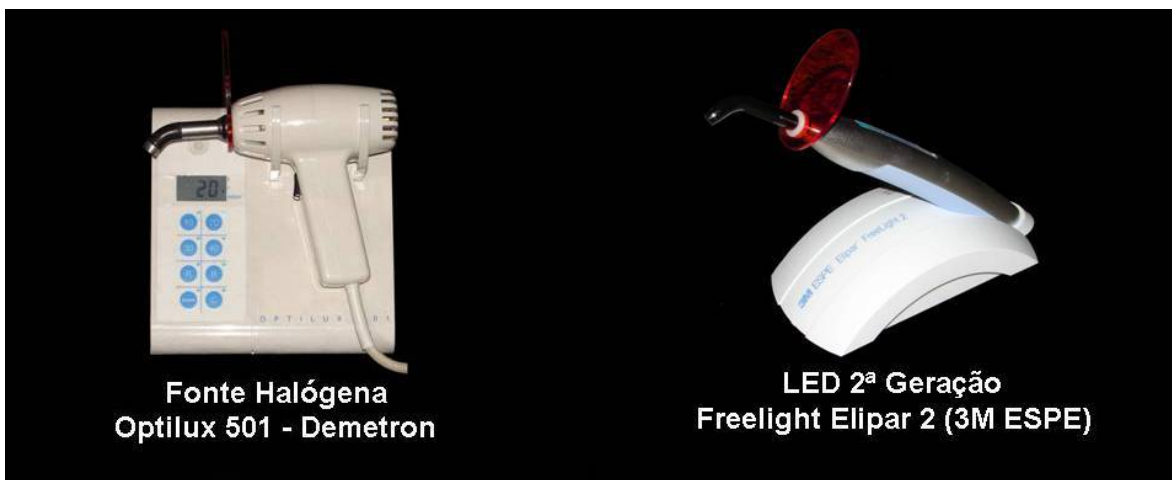


Figura 1 – Fontes de luz utilizadas.

A intensidade de luz emitida pelos aparelhos fotoativadores foi avaliada através de radiômetros específicos para lâmpada halógena (Demetron Halogen radiometer, Kerr Corporation, Orange, CA, USA) e LED (Demetron L.E.D. radiometer, Kerr Corporation, Orange, CA, USA). As intensidades observadas foram: HAL aproximadamente 700 mW/cm^2 ; LED aproximadamente 1100 mW/cm^2

Para a simulação de diferentes distâncias de fotoativação (2, 4 e 6 mm), um suporte (Figura 2A) foi utilizado para fixar as unidades fotoativadoras à bancada (Figura 2B) e ao espectrofotômetro (Figura 2C), permitindo a padronização das respectivas distâncias entre a ponteira e a amostra (Figura 3).

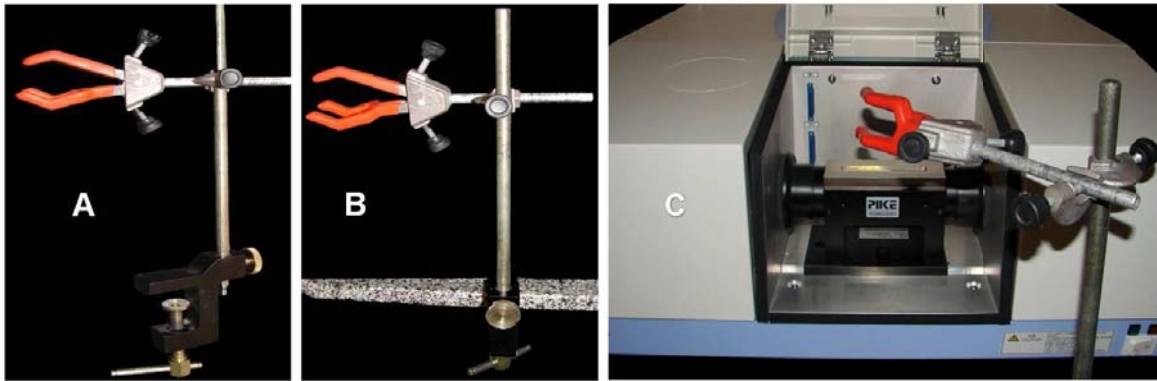


Figura 2 – A: Suporte para fixação das unidades fotoativadoras; B: Fixação à bancada; C: Fixação ao espectrofotômetro.

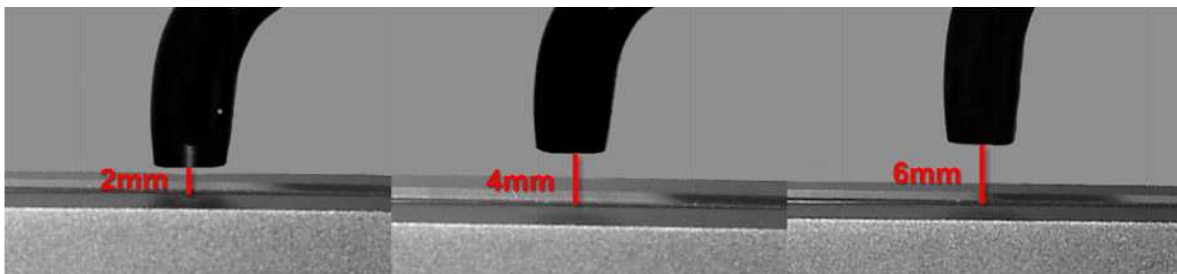


Figura 3- Representação das distâncias entre ponteira e amostras.

4.1.3 Variável de resposta

- Grau de conversão/GC em %

4.2 Avaliação da cinética de polimerização

A cinética de conversão dos grupos experimentais foi avaliada por meio de espectrofotômetro infravermelho por transformada de Fourier/FTIR equipado

com dispositivo de reflectância total atenuada/ATR (Shimadzu Prestige21 spectrometer, PIKE Technologies, Madison, WI, USA) (Figura 4A), composto por um cristal horizontal de seleneto de zinco (ZnSe) (Figura 4B), com espelhos de angulação de 45° (PIKE Technologies, Madison, WI, EUA).

Para o monitoramento da varredura foi utilizado o software IRSolution (Shimadzu, Columbia, MD, USA) (Figura 4C), utilizando a apodização, ou seja, a diminuição da intensidade luminosa, de Happ-Genzel, em uma faixa espectral de 1500-1800 cm^{-1} , com resolução de 8 cm^{-1} e velocidade de deslocamento de espelho de 2,8 mm/s.

Para o cálculo do grau de conversão foi considerada a intensidade da vibração do tipo estiramento da dupla ligação carbono-carbono na frequência de 1635 cm^{-1} , antes da polimerização e nos tempos determinados. O estiramento simétrico do anel aromático em 1610 cm^{-1} foi utilizado como padrão interno (Figura 4D).

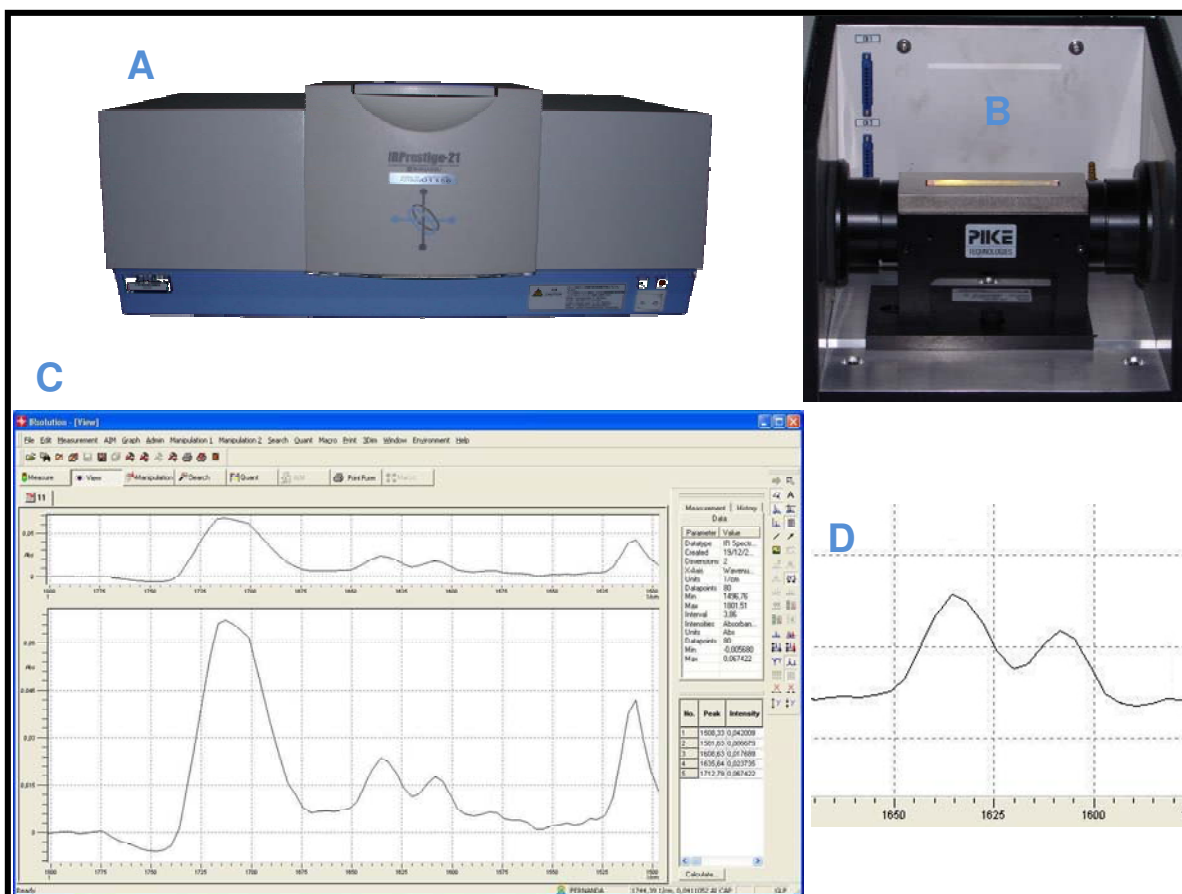


Figura 4 – A: Espectrofotômetro infravermelho por transformada de Fourier Shimadzu Prestige 2.1; B: dispositivo de reflectância total atenuada com o cristal horizontal de seleneto de zinco posicionado; C: Software IRSolution para obtenção dos espectros em tempo real; D: picos observados em 1635 e 1610 cm^{-1} .

Para os sistemas adesivos Excite, Single Bond Plus e Clearfil S³ Bond, devido à presença de solventes em suas composições, uma gota foi dispensada em um recipiente e volatilizada por jato de ar durante 20s (Figura 5A). Este tempo foi selecionado através de estudo piloto, sendo este o menor tempo necessário para a obtenção de espectros adequados.

Utilizando uma micropipeta, amostras de 3 μl (Figura 5B) de cada adesivo foram dispensadas diretamente sobre o cristal de ZnSe (Figura 5C) e fotoativadas por até 60 segundos (Figuras 6A e 6B). A imagem dos espectros ao longo deste tempo foi obtida através do software HyperCam versão 2.13.01 (Hyperionics Technology, Chestnut, Murrysville, USA).

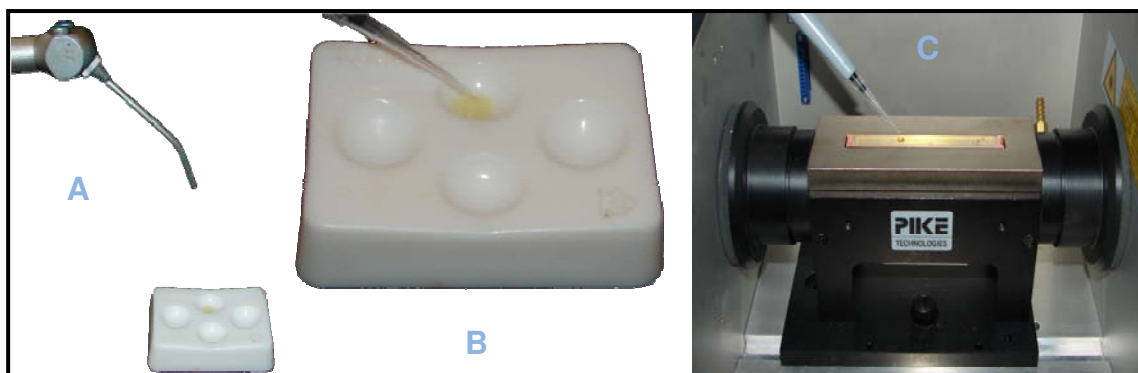


Figura 5 – A: Volatilização das amostras por jato de ar; B: Obtenção de amostras de 3 μl utilizando micropipeta; C: Amostras sendo dispensadas sobre o cristal de seleneto de zinco.

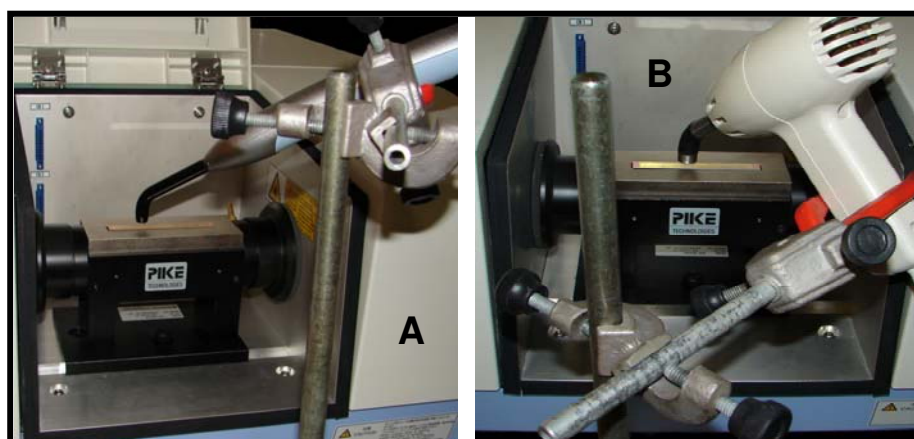


Figura 6 – Fontes de luz posicionadas para fotoativação: A-Elipar Freelight 2; B-Optilux 501.

Antes da obtenção dos espectros de cada uma das amostras, espectros foram obtidos com o objetivo de eliminar possíveis artefatos (*blank*). Este espectro era subtraído dos espectros da amostra pelo software utilizado (IRSolution). Adicionalmente, entre a avaliação de cada amostra o cristal de seleneto de zinco foi limpo com papel absorvente e acetona para evitar que resíduos interferissem na medição das amostras subseqüentes.

43 Cálculo do grau de conversão

O grau de conversão foi determinado através da seguinte fórmula:

$$DC = 1 - \frac{(b1/b2)}{(a1/a2)} \times 100$$

em que:

a1 é a absorbância da dupla ligação carbono-carbono do monômero

a2 é a absorbância do anel aromático do monômero

b1 é a absorbância da dupla ligação carbono-carbono do polímero

b2 é a absorbância do anel aromático do polímero

Para os cálculos, inicialmente as imagens dos espectros obtidas durante a fotoativação (60s) foram transformadas em figuras JPEG através do software AviTricks Classic versão 1.65 (Bobyte Software, Amsterdam, Netherlands). Foram consideradas as figuras relativas aos espectros obtidos imediatamente após fotoativação durante 0, 10, 20, 40 e 60 segundos, sendo “0” referente ao espectro do monômero necessário para o cálculo das amostras polimerizadas.

Utilizando o software Microsoft Paint (Microsoft Corporation, Redmond, WA, USA) foi traçada a linha *baseline* para correção da linha de base do espectro (Figura 7).

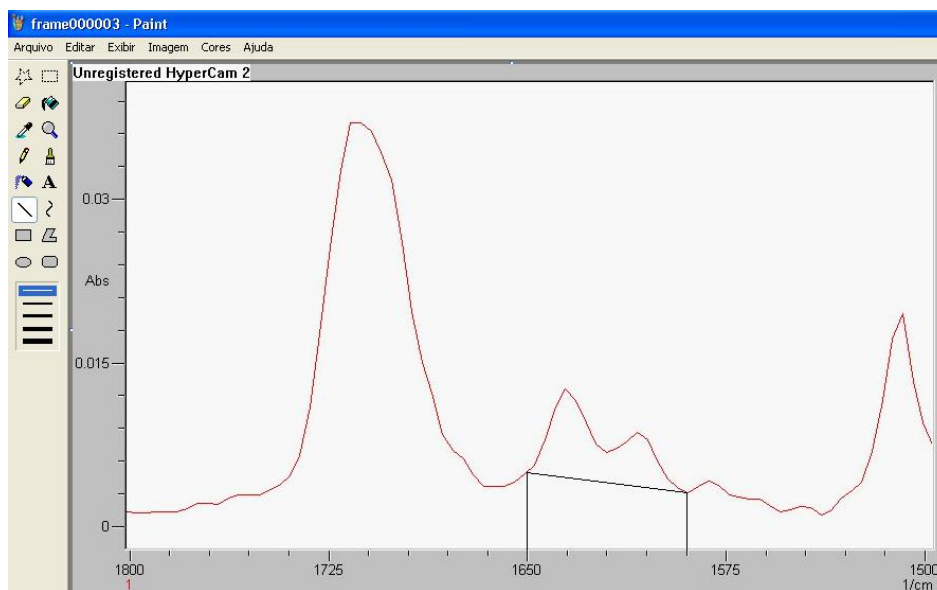


Figura 7 – Traçado do *Baseline* para correção da linha de base do espectro.

Posteriormente, empregando o software Image Tool versão 3.00 (University of Texas – Health Science Center, San Antonio, Texas, USA), foram medidos os pixels dos picos das absorções nas frequências de 1635 cm^{-1} e 1610 cm^{-1} (Figuras 8A e 8B) e estes valores utilizados para o cálculo do grau de conversão através da fórmula supracitada.

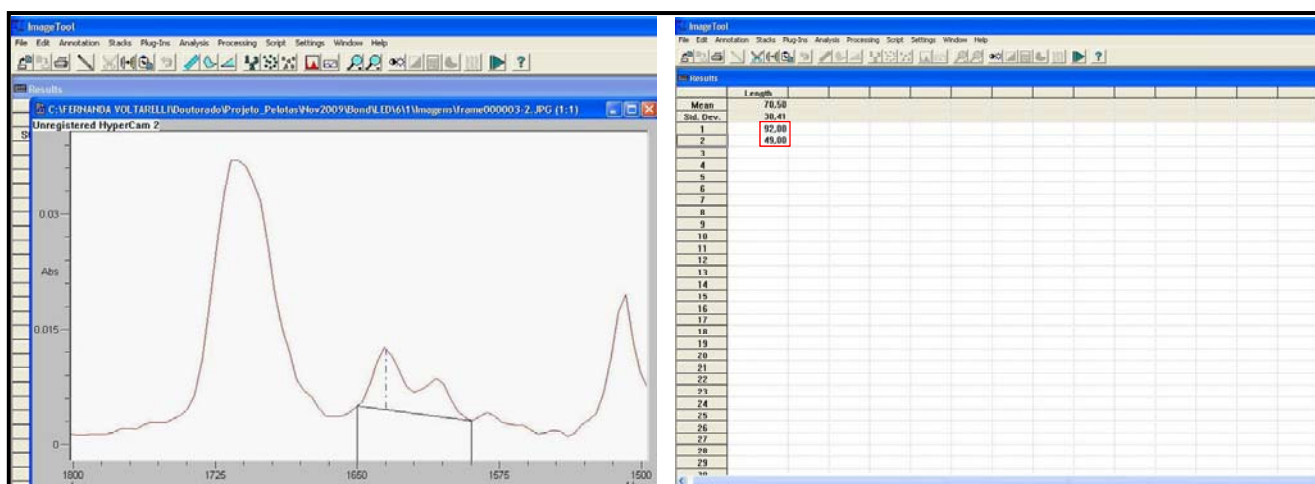


Figura 8 – A: Realização das medidas utilizando o software Image Tool; B: Resultados das alturas dos picos em pixel.

4.4 Análise estatística

Para a avaliação do efeito da unidade fotoativadora, tempo de fotoativação e distância de exposição, o grau de conversão dos sistemas adesivos foi analisado através de análise de variância para medidas repetidas no tempo. A análise de variância para medidas repetidas é utilizada quando da avaliação de

uma variável em vários momentos (> dois). Desta forma, consiste em uma técnica de análise na qual são examinadas as variações ao longo do tempo das unidades experimentais.

O programa utilizado foi SAS versão 9.1 (SAS Institute Inc., Cary, NC, USA), com nível de significância de 5%. Quando verificado efeito estatístico significativo, aplicou-se o teste de Tukey ($p < 0,05$) para comparação múltipla entre os grupos. Foram conduzidos cinco experimentos, um para cada sistema adesivo.

5. RESULTADOS

O teste de esfericidade de Mauchly verifica se uma população normal apresenta variâncias iguais e correlações nulas. Para a análise de variância, como a suposição de esfericidade foi violada quando analisada pelo teste de esfericidade de Mauchly, foi necessária a aplicação da metodologia de modelos mistos pelo procedimento PROC MIXED para medidas repetidas do programa estatístico SAS após a seleção da melhor estrutura de covariância.

As tabelas de 2 a 6 apresentam as médias de grau de conversão e desvio padrão de cada sistema adesivo. Para Scotchbond Multipurpose e Single Bond Plus (Tabelas 2 e 3, respectivamente) não foi observada diferença entre as fontes de luz, independente do tempo de fotoativação e da distância de exposição.

Tabela 2- Médias (desvio padrão) do grau de conversão (%GC) obtido por Scotchbond Multipurpose.

LUZ	DISTÂNCIA	TEMPO			
		10s	20s	40s	60s
HAL	2 mm	57,71 Ba (15,03)	57,48 Ba (7,76)	70,68 Aa (6,58)	72,54 Aa (9,53)
	4 mm	57,35 Ba (14,04)	55,11 Ba (11,63)	65,26 Aa (5,94)	67,26 Aa (7,47)
	6 mm	55,55 Ba (7,36)	61,40 Ba (6,36)	65,61 Aa (6,68)	66,76 Aa (3,45)
LED	2 mm	62,00 Ba (6,62)	65,08 ABa (5,87)	67,66 ABa (5,99)	66,71 Aa (7,16)
	4 mm	61,74 Ba (7,42)	68,69 ABa (4,14)	67,48 ABa (7,84)	70,71 Aa (5,34)
	6 mm	55,04 Ba (5,83)	60,91 ABa (9,61)	62,30 ABa (10,41)	65,55 Aa (9,73)

Não houve diferença significativa entre as fontes de luz ($p=0,4716$). Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando distancias dentro de cada fonte de luz) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p\leq 0,05$).

Tabela 3- Médias (desvio padrão) do grau de conversão (%GC) obtido por Single Bond Plus.

LUZ	DISTÂNCIA	TEMPO			
		10s	20s	40s	60s
HAL	2 mm	30,00 Ba (8,09)	49,09 Ba (13,96)	70,12 Aa (11,54)	73,72 Aa (10,39)
	4 mm	31,02 Ba (12,36)	53,80 Ba (18,35)	76,93 Aa (9,37)	77,60 Aa (5,62)
	6 mm	58,10 Ba (3,29)	68,19 Ba (8,53)	79,75 Aa (9,34)	82,89 Aa (10,73)
LED	2 mm	49,37 Ba (10,85)	58,67 ABa (9,73)	79,83 ABa (6,37)	84,16 Aa (6,20)
	4 mm	44,67 Ba (12,96)	56,46 ABa (19,11)	65,22 ABa (14,14)	70,74 Aa (12,23)
	6 mm	35,11 Ba (10,33)	53,81 ABa (7,99)	70,93 ABa (10,18)	76,76 Aa (11,75)

Não houve diferença significativa entre as fontes de Luz ($p=0,8591$). Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando distancias dentro de cada fonte de luz) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p\leq 0,05$).

Entretanto, para Excite e Clearfil S³ Bond (Tabelas 4 e 5, respectivamente) HAL resultou em melhor grau de conversão, em todos os tempos e distância de fotoativação.

Tabela 4- Médias (desvio padrão) do grau de conversão (%GC) obtido por Excite.

LUZ	DISTÂNCIA	TEMPO			
		10s	20s	40s	60s
HAL	2 mm	* 76,67 Ba (7,08)	* 78,90 ABa (1,78)	* 83,51 Aa (10,60)	* 90,88 Aa (2,86)
	4 mm	* 80,30 Aa (3,16)	* 83,45 Aa (5,46)	* 84,39 Aa (7,25)	* 85,77 Aa (3,41)
	6 mm	* 83,62 Aa (3,80)	* 85,23 Aa (3,63)	* 88,01 Aa (1,99)	* 82,14 Aa (4,13)
LED	2 mm	55,67 Da (11,37)	64,59 Ca (12,23)	72,97 Ba (12,02)	81,21 Aa (4,34)
	4 mm	64,38 Ca (8,32)	80,10 Ba (2,37)	84,44 ABa (5,23)	86,09 Aa (5,78)
	6 mm	53,24 Ba (11,70)	73,35 Aa (7,44)	78,77 Aa (6,20)	78,11 Aa (10,69)

* Difere da luz LED ($p \leq 0,05$). Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando distancias dentro de cada fonte de luz) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Tabela 5- Médias (desvio padrão) do grau de conversão (%GC) obtido por Clearfil S³ Bond.

LUZ	DISTÂNCIA	TEMPO			
		10s	20s	40s	60s
HAL	2 mm	* 63,00 Ba (14,73)	* 82,62 Aa (6,88)	* 87,28 Aa (5,30)	* 92,35 Aa (1,89)
	4 mm	* 67,59 Ba (11,31)	* 79,21 Aa (8,33)	* 87,17 Aa (6,41)	* 85,12 Aa (7,78)
	6 mm	* 73,59 Ba (13,54)	* 86,87 Aa (5,32)	* 91,92 Aa (5,52)	* 90,24 Aa (5,85)
LED	2 mm	43,42 Da (15,16)	60,55 Ca (4,24)	73,68 Ba (7,06)	82,61 Aa (5,25)
	4 mm	26,74 Da (18,52)	43,76 Ca (10,65)	72,03 Ba (5,95)	79,26 Aa (1,87)
	6 mm	37,34 Da (9,88)	44,90 Ca (9,42)	71,60 Ba (11,87)	80,78 Aa (7,20)

* Difere da luz LED ($p \leq 0,05$). Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando distancias dentro de cada fonte de luz) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Diferentemente, Clearfil Protect Bond obteve melhor grau de conversão quando fotoativado por LED, nas diferentes distâncias testadas. Porém, este efeito ocorreu apenas no tempo de fotoativação de 10s (Tabela 6).

Tabela 6- Médias (desvio padrão) do grau de conversão (%GC) obtido por Clearfil Protect Bond.

LUZ	DISTÂNCIA	TEMPO			
		10s	20s	40s	60s
HAL	2 mm	* 54,40 Ca (8,95)	64,27 Ba (8,74)	70,68 Aa (7,36)	73,34 Aa (4,36)
	4 mm	* 47,21 Ca (19,64)	59,94 Ba (18,37)	65,61 Aa (12,28)	68,07 Aa (10,96)
	6 mm	* 55,19 Ca (4,35)	63,59 Ba (8,46)	70,52 Aa (4,40)	74,88 Aa (4,65)
LED	2 mm	70,28 Ba (5,32)	71,23 ABa (4,48)	71,32 ABa (6,02)	74,15 Aa (6,09)
	4 mm	61,06 Ba (6,20)	68,29 ABa (4,08)	70,68 ABa (4,40)	74,44 Aa (3,69)
	6 mm	66,68 Ba (2,32)	69,21 ABa (6,07)	71,48 ABa (4,26)	76,21 Aa (2,96)

* Difere da luz LED ($p \leq 0,05$). Médias seguidas de letras distintas (maiúsculas na horizontal e minúsculas na vertical comparando distancias dentro de cada fonte de luz) diferem entre si pelo teste de Tukey ($p \leq 0,05$).

Aumentos significantes no grau de conversão com o aumento do tempo de fotoativação foram observados para todos os sistemas adesivos (Tabelas 2 a 6). Quando fotoativados com HAL, independente da distância da ponta polimerizadora, Scotchbond Multipurpose, Single Bond Plus e Clearfil Protect Bond (Tabelas 2, 3 e 6, respectivamente), demonstraram melhor grau de conversão a partir de 40s de fotoativação. Para Clearfil S³ Bond (Tabela 5), melhor grau de conversão foi observado após 20s de fotoativação.

Quando fotoativados com LED, independente da distância utilizada, Scotchbond Multipurpose, Single Bond Plus, Clearfil Protect Bond e Clearfil S³ Bond (Tabelas 2, 3, 5 e 6, respectivamente), demonstraram melhor grau de conversão apenas com o tempo máximo de fotoativação (60s).

Para Excite (Tabela 4), o efeito do tempo de fotoativação variou de acordo com a distância da ponta polimerizadora. Quando fotoativado com HAL na distância de 2 mm, melhor grau de conversão foi observado após 40s de fotoativação. Para as distâncias de 4 e 6 mm, não houve diferença entre os tempos. Quando fotoativado com LED nas distâncias de 2 e 4 mm, melhor grau de conversão foi observado com o tempo máximo de fotoativação (60s). Na distância de 6 mm, melhor grau de conversão foi observado após 20s de fotoativação.

Não foi observado efeito estatisticamente significativo entre as diferentes distâncias da ponta polimerizadora (2, 4 e 6 mm) para nenhum dos sistemas adesivos testados (Tabelas 2 a 6), independente da fonte de luz utilizada e do tempo de fotoativação.

6. DISCUSSÃO

O grau de conversão de sistemas adesivos é um importante parâmetro a ser avaliado, pois a maior conversão monomérica pode estar relacionada à matriz polimérica bem definida e às adequadas propriedades mecânicas para a duração em longo prazo da interface dente/restauração (Giannini *et al.*, 2008). Alguns fatores podem afetar a conversão dos monômeros, como a composição dos materiais resinosos fotoativados, o conteúdo residual de água e/ou solventes orgânicos e a qualidade da fonte de luz utilizada para a fotoativação dos sistemas adesivos. A intensidade de luz da unidade fotoativadora e o tempo de exposição afetam diretamente esta qualidade (Arrais *et al.*, 2007).

Aumentos significantes no grau de conversão com o aumento do tempo de fotoativação foram observados para todos os sistemas adesivos testados (Tabelas 2 a 6), independente da aplicação específica de cada material, das composições e das proporções entre os componentes.

Segundo Cadenaro *et al.*, em 2005, e Kim *et al.*, em 2006, o aumento do tempo de irradiação permite que os adesivos alcancem um significativo aumento do grau de conversão. Como a quantidade total de energia luminosa absorvida pelo material (densidade de energia) é produto da intensidade de luz e do tempo de exposição (Aguiar, 2004; Giorgi *et al.*, 2008; Voltarelli *et al.*, 2009), com

maior tempo de exposição maior é a quantidade de luz que atinge o material restaurador. Assim, maior quantidade de fotoiniciadores são ativados e, conseqüentemente, maior a possibilidade de aumento do grau de conversão (Aguiar, 2004).

Devido a este significativo aumento no grau de conversão com o aumento do tempo de fotoativação para todos os adesivos testados, independente da fonte de luz e da distância da ponta polimerizadora, pode-se sugerir que prolongando a fotoativação além do tempo recomendado pelo fabricante obtêm-se propriedades superiores das camadas adesivas (Cadenaro *et al.*, 2005).

Cabe ressaltar que o contato entre o sistema adesivo e o oxigênio atmosférico não foi evitado neste estudo durante a fotoativação das amostras, o que pode ter colaborado com o baixo grau de conversão observado nas finas camadas de adesivo nos períodos iniciais de exposição (Arrais *et al.*, 2007).

Entretanto, para Excite (Tabela 4), o efeito do tempo de fotoativação variou de acordo com a distância da ponta polimerizadora. A distância entre a ponta polimerizadora e o material afeta diretamente a intensidade de luz na superfície das amostras. Ocorre uma diminuição na intensidade de luz com o aumento da distância da ponteira (Rode *et al.*, 2007).

Quando fotoativado com LED, para a maior distância da ponta polimerizadora, ou seja, a menor intensidade de luz, menor foi o tempo necessário para atingir melhor grau de conversão. Para as distâncias de 2 e 4 mm, melhor

grau de conversão foi observado com 60s de fotoativação, o tempo máximo de exposição; para 6 mm, apenas 20s de fotoativação foram necessários para alcançar o melhor grau de conversão.

Sugere-se que este fato pode ser explicado pela fotoativação com maior intensidade de luz causada pela menor distância da ponteira. Quanto maior a intensidade de luz maior a quantidade de fótons absorvidos pelos materiais. Por sua vez, esta maior quantidade de fótons resulta em maior quantidade de fotoiniciadores ativados e, conseqüentemente, maior quantidade de radicais livres formados. Quanto maior a quantidade de radicais disponíveis, maior a possibilidade de colisão entre eles e possível terminação bimolecular (Feng & Suh, 2007; Feng *et al.*, 2009). Este efeito pode diminuir taxa de propagação da reação e prejudicar a conversão do material polimérico (Feng & Suh, 2007; Feng *et al.*, 2009).

Além disso, a rápida polimerização provocada pela maior intensidade de luz está relacionada à formação de cadeias poliméricas curtas (Holmes *et al.*, 2007). Porém, também está relacionada ao aumento das ligações cruzadas entre estas cadeias (Holmes *et al.*, 2007; Lopes *et al.*, 2009). Isto, por sua vez, restringe a mobilidade dos componentes reativos, dificultando a propagação da reação e a conversão do material (Holmes *et al.*, 2007).

Cabe ressaltar, também, que o Excite é um adesivo de condicionamento total simplificado, que combina o *primer* e o *bond* em único frasco. Os sistemas adesivos simplificados são, usualmente, dissolvidos em

etanol, acetona e/ou água para que ocorra a infiltração do material no substrato dentinário. Isto aumenta a sensibilidade do sistema e pode ter colaborado pela variação do efeito do tempo de fotoativação de acordo com a distância da ponta polimerizadora.

Segundo Klein-Júnior *et al.*, em 2008, o excesso de solvente pode causar a diluição do material, dificultando a colisão entre os componentes reativos e, assim, dificultando a conversão do material (Klein-Júnior *et al.*, 2008; Cadenaro *et al.*, 2009). Além disto, os grandes espaços entre os monômeros, devido ao conteúdo de etanol remanescente após volatilização, resultam em retardamento do efeito gel e do efeito vítreo e permitem que a propagação continue sem a reação ser controlada pela dificuldade de difusão (Machado, 2004; Cadenaro *et al.*, 2009).

O excesso de solvente, se pobremente volatilizado, além de resultar em grandes espaços entre os monômeros, diluição dos fotoiniciadores/radicais e separação de fase entre os componentes reativos do adesivo, dificulta a compactação ideal entre as cadeias e resulta em amolecimento da estrutura polimérica, com conseqüentes inadequadas propriedades mecânicas da camada adesiva (Holmes *et al.*, 2007; Cadenaro *et al.*, 2008; Loguercio *et al.*, 2009).

O grau de conversão dos materiais resinosos fotoativados depende também da intensidade e do comprimento de onda da luz aos quais são expostos (Cacciafesta *et al.*, 2005). Durante muitos anos, unidades fotoativadoras à base de

lâmpada halógena foram utilizadas como fontes de luz para a fotoativação de resinas dentais. Entretanto, estes aparelhos apresentam eficiência e vida útil reduzidas ao longo do tempo, podendo resultar em polímeros pobremente polimerizados com propriedades mecânicas inferiores (Yoon *et al.*, 2002; Soh *et al.*, 2004; Arrais *et al.*, 2007). Como alternativa, a tecnologia dos diodos emissores de luz foi introduzida no mercado odontológico. Estes aparelhos são reconhecidos por utilizar menor quantidade de energia, possuir excelente vida útil, resultar em mínima produção de calor e apresentar eficiência de polimerização constante ao longo do tempo (Felix *et al.*, 2006; Park *et al.*, 2005).

Uma das hipóteses experimentais testadas no presente estudo consiste na avaliação do desempenho das unidades fotoativadoras à base de lâmpada halógena e LED. Os resultados demonstraram melhor grau de conversão para os sistemas adesivos Excite e Clearfil S³ Bond quando fotoativados com HAL, independente do tempo e da distância de fotoativação. Adicionalmente, quando comparada a LED, a fotoativação com HAL resultou em menor tempo de fotoativação necessário para a obtenção de melhor grau de conversão, para todos os sistemas adesivos.

Apesar da menor intensidade de luz de HAL quando comparada à LED (HAL 700 mW/cm²; LED: 1100 mW/cm²), as unidades fotoativadoras a base de lâmpada halógena emitem calor, que pode ter aumentado a temperatura do material durante a fotoativação (Arrais *et al.*, 2007; Torno *et al.*, 2008). Este aumento na temperatura dos adesivos pode ter resultado em maior grau de conversão

(Morgan *et al.*, 2000; Polidouro *et al.*, 2008; Lopes *et al.*, 2009). O calor absorvido pode ter aumentado os movimentos moleculares e, conseqüentemente, a colisão entre as moléculas, contribuindo para o aumento da conversão dos monômeros em polímeros (Arrais *et al.*, 2007).

Adicionalmente, as unidades fotoativadoras com alta intensidade de luz, como o LED utilizado nesta pesquisa, aumentam a quantidade de fótons absorvidos pelos materiais, que, conforme explicado anteriormente, pode ter diminuído a taxa de propagação e prejudicado a conversão do material polimérico (Feng & Suh, 2007; Feng *et al.*, 2009). Além disto, o efeito da polimerização com alta intensidade de luz, resultando na formação de cadeias poliméricas curtas com alto grau de ligações cruzadas, também pode ter ocorrido (Holmes *et al.*, 2007; Lopes *et al.*, 2009).

O melhor grau de conversão obtido por LED para Clearfil Protect Bond, porém apenas para a fotoativação por 10s, pode ser explicado por um efeito benéfico da maior intensidade de luz no início da reação, antes que os efeitos deletérios desta alta intensidade ocorram. Cabe ressaltar que este material não apresenta solvente em sua composição (Anexo 1.4), resultando em maior viscosidade do sistema. De acordo com Navarra *et al.*, em 2009, a maior viscosidade prejudica o movimento das moléculas e a conversão dos monômeros em polímeros acontece com menor velocidade (Cadenaro *et al.*, 2008; Klein-Júnior *et al.*, 2008; Loguercio *et al.*, 2009; Navarra *et al.*, 2009; Cadenaro *et al.*, 2010). Segundo Feng & Suh, em 2007, a alta viscosidade do sistema restringe a mobilidade dos

radicais livres nos estágios iniciais da reação e resulta em controle da reação através da menor difusão dos componentes. Desta forma, a maior intensidade de luz e o estreito comprimento de onda emitido por estas unidades (Üsümez *et al.*, 2005), com conseqüente maior quantidade de fotoiniciadores ativados, pode ter colaborado para a obtenção de melhor grau de conversão no início da polimerização (Morgan *et al.*, 2000; Aguiar, 2004; Arrais *et al.*, 2007), especialmente para um material de alta viscosidade.

É importante considerar que, apesar da maioria dos sistemas adesivos apresentarem os mesmos componentes (monômeros, solventes e iniciadores), o tipo e a quantidade de cada componente difere consideravelmente entre os materiais (Anexo 1), dificultando afirmações concretas com relação as diferenças observadas neste estudo. Essa variação nas formulações define as características de cada material e influencia o grau de conversão dos sistemas. Entretanto, a comparação entre diferentes materiais traz informações importantes sobre o possível comportamento em situações clínicas e auxilia na obtenção de protocolos de aplicação que possam melhorar o desempenho destes. Os resultados da presente pesquisa associados à estudos previamente publicados indica que o aumento do tempo de fotoativação além do recomendado pelo fabricante é um possível método para o alcance de sucesso clínico a longo prazo.

7. CONCLUSÕES

Diante dos resultados obtidos podemos concluir que:

- O grau de conversão dos sistemas adesivos testados foi afetado de diferentes formas pelas variáveis fontes de luz, tempo de fotoativação e distância da ponta polimerizadora.
- A análise de variância demonstrou aumento significativo no grau de conversão com o aumento do tempo de fotoativação além do recomendado pelos respectivos fabricantes, para todos os sistemas adesivos, independente da unidade fotoativadora e da distância entre a ponteira e a superfície do material.
- Para HAL, menor tempo de fotoativação foi necessário para obtenção de melhor grau de conversão quando comparada à LED, para todos os sistemas adesivos.
- Para Excite e Clearfil S³ Bond, HAL resultou em melhor grau de conversão.
- Para Clearfil Protect Bond melhor grau de conversão foi obtido por LED, porém apenas para 10s de fotoativação.
- Não foi observada diferença entre as fontes de luz para Single Bond e Scotchbond Multipurpose.

- Para Excite, o efeito do tempo de fotoativação variou de acordo com a distância da ponta polimerizadora.

- Não foi observado efeito estatisticamente significativo entre as diferentes distâncias da ponta polimerizadora para nenhum dos sistemas adesivos testados, independente da fonte de luz utilizada e do tempo de fotoativação.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

Aguiar FHB. Estudo de fatores influentes na dureza superficial de um compósito fotoativado [tese]. Piracicaba: UNICAMP/FOP; 2004.

Aravamudhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dent Mater.* 2006; 22: 988-994.

Arrais CAG, Pontes FM, Santos LPS, Leite ER, Giannini M. Degree of conversion of adhesive systems light-cured by LED and halogen light. *Braz Dent J.* 2007; 18(1): 54-59.

Arrais CAG, Giannini M, Rueggeber FA. Effect of sodium sulfinate salts on the polymerization characteristics of dual-cured resin cement systems exposed to attenuated light-activation. *J Dent.* 2009; 37: 210-227.

Atai M, Ahmade M, Babanzadeh S, Watts DC. Synthesis, characterization, shrinkage and curing kinetics of a new low-shrinkage urethane dimetacrylate monomer for dental applications. *Dent Mater.* 2007; 24: 1030-1041.

Bae JH, Cho BH, Kim JS, Kim MS, Lee IB, Son HH, *et al.* Adhesive layer properties as a determinant of dentin bond strength. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2005; 74B: 822-828.

* De acordo com a norma da UNICAMP/FOP, baseadas na norma do Internacional Committee of Medical Journal Editors – Grupo de Vancouver. Abreviatura dos periódicos em conformidade com o Medline.

Bortolotto T, Ferrari M, Krejci I. Wetting ability of single-component self-etching adhesives on enamel and dentin. *Am J Dent.* 2008; 21: 59-63.

Cacciafesta V, Sfondrini MF, Scribante A, Boehme A, Jost-Brinkmann PG. Effect of light-tip distance on the shear Bond strengths of composite resin. *Angle Orthod.* 2005; 75: 386-391.

Cadenaro M, Antoniulli F, Sauro S, Tay FR, DiLenarda R, Prati C, *et al.* Degree of conversion and permeability of dental adhesives. *Eur J Oral Sci.* 2005; 113: 525-530.

Cadenaro M, Breschi L, Anoniulli F, Navarra CO, Mazzoni A, Tay FR, *et al.* Degree of conversion of resin blends in relation to ethanol content and hydrophilicity. *Dent Mater.* 2008; 24: 1194-1200.

Cadenaro M, Breschi L, Rueggeber FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, *et al.* Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of Five experimental resins. *Dent Mater.* 2009; 25: 621-628.

Cadenaro M, Antoniulli F, Codan B, Agee K, Tay FR, Dorigo ES, *et al.* Influence of different initiators on the degree of conversion of experimental adhesive blends in relation to their hydrophilicity and solvent content. *Dent Mater.* 2010; 26: 288-294.

Calheiros FC, Daronch M, Rueggeberg FA, Braga RR. Influence of irradiant energy on degree of conversion, polymerization rate and shrinkage stress in an experimental resin composite system. 2008; 24: 1164-1168.

Carvalho APMC & Turbino ML. Analysis of the microtensile bond strength to enamel of two adhesive systems polymerized by halogen light or LED. Braz Oral Res. 2005; 19(4): 307-311.

Cerveira GP, Berthold TB, Souto AA, Spohr AM, Marchioro EM. Degree of conversion and hardness of an orthodontic resin cured with a light-emitting diode and a quartz-tungsten-halogen light. Eur J Orthod. 2010; 32: 83-86.

Felix CA, Price RBT, Andreou P. Effect of reduced exposure times on the microhardness of 10 resin composites cured by high-power LED and QTH curing units. J Can Dent Assoc. 2006; 72(2): 147.

Feng L & Suh BI. Exposure reciprocity law in photopolymerization of multifunctional acrylates and methacrylates. Macromol Chem Phys. 2007; 208: 295-306.

Feng L, Carvalho R, Suh BI. Insufficient cure under the condition of high-irradiance and short irradiation time. Dent Mater. 2009; 25: 283-289.

- Fróes-Salgado NRG, Pfeifer CSC, Francci CE, Kawano Y. Influence of photoactivation protocol and light guide distance on conversion and microleakage of composite restorations. *Oper Dent.* 2009; 34(4): 408-414.
- Furuse AY, Peutzfeldt A, Asmussen E. Effect of evaporation of solvents from one-step self-etching adhesives. *J Adhes Dent.* 2008; 10: 35-39.
- Gauthier MA, Stangel I, Ellis TH, Zhu XX. A new method for quantifying the intensity of the C=C band of dimethacrylate dental monomers in their FTIR and Raman spectra. *Biomaterials.* 2005; 26: 6440-6448.
- Giannini M, Arrais CAG, Vermelho PM, Reis RS, Santos LPS, Leite ER. Effects of the solvent evaporation technique on the degree of conversion of one-bottle adhesive systems. *Oper Dent.* 2008; 33(2): 149-154.
- Giorgi MCC, Dias CTS, Paulillo LAMF. Influência das fontes fotoativadoras led e halógena e do tempo de exposição na microdureza knoop de compósitos odontológicos. *Cienc Odontol Bras.* 2008; 11(4): 18-23.
- Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci.* 2009; 117: 442-446.

Guo X, Wang Y, Spencer P, Ye Q, Yao X. Effects of water content and initiator composition on photopolymerization of a model BisGMA/HEMA resin. *Dent Mater.* 2008; 24: 824-831.

Hashimoto M, Tay FR, Svizero NR, deGee AJ, Feilzer AJ, Sano H, *et al.* The effects of common errors on sealing ability of total-etch adhesives. *Dent Mater.* 2006; 22: 560-568.

Holmes RG, Rueggeberg FA, Callan RS, Caughman F, Chan DCN, Pashley DH, *et al.* Effect of solvent type and content on monomer conversion of a model resin system as a thin film. *Dent Mater.* 2007; 23: 1506-1512.

Ikeda T, DeMunck J, Shirai K, Hikita K, Inoue S, Sano H, *et al.* Effect of air-drying and solvent evaporation on the strength of HEMA-rich versus HEMA-free one-step adhesives. *Dent Mater.* 2008; 24: 1316-1323.

Jacobsen T, Finger WJ, Kanehira M. Air-drying time of self-etching adhesives vs bonding efficacy. *J Adhes Dent.* 2006; 8: 387-392.

Kim JS, Choi YH, Cho BH, Son HH, Lee IB, Um CM, *et al.* Effect of light-cured time of adhesive resin on the thickness of the oxygen-inhibited layer and the microtensile bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2006; 78B: 115-123.

Klein-Júnior CA, Zander-Grande C, Amaral R, Stanislawczuk R, Garcia EJ, Baumhardt-Neto R, *et al.* Evaporating solvents with a warm air-stream: effects on adhesive layer properties and resin-dentin Bond strengths. *J Dent.* 2008; 36: 618-625.

Landuyt KLV, Snauwaert J, DeMunck J, Peumans M, Yoshida Y, Poitevin A, *et al.* Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. *Biomaterials.* 2007; 28: 3757-3785.

Loguercio AD, Leoblein F, Cherobin T, Ogliari F, Piva E, Reis A. Effect of solvent removal on adhesive properties of simplified etch-and-rinse systems and on Bond strengths to dry and wet dentin. *J Adhes Dent.* 2009; 11(3): 213-219.

Lopes MB, Moraes RR, Gonini-Júnior A, Piva E. Impact of curing protocolo n the selected properties of a model bis-GMA/TEGDMA dental resin composite. *Biomed Mater.* 2009; 4: 1-5.

Machado PFMPB. Polimerização via radical livre para polímeros lineares e ramificados usando iniciadores mono e difuncional [dissertação]. Campinas: UNICAMP/FEQ; 2004.

Miletic V, Santini A, Trkulja I. Quantification of monomer elution and carbon-carbon double bonds in dental adhesive systems using HPLC and micro-raman spectroscopy. *J Dent.* 2009; 37: 177-184.

- Morgan DR, Kalachandra S, Shobha HK, Gunduz N, Stejskal EO. Analysis of a dimethacrylate copolymer (Bis-GMA and TEGDMA) network by DSC and C solution and solite-state NMR spectroscopy. *Biomaterials*. 2000; 21: 1897-1903.
- Navarra CO, Cadenaro M, Armstrong SR, Jessop J, Antoniulli F, Sergio V, *et al*. Degree of conversion of Filtek Silorane adhesive system and Clearfil SE Bond within the hybrid and adhesive layerL na *in situ* raman analysis. *Dent Mater*. 2009; 25: 1178-1185.
- Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hirano S. Light exposure required of optimum conversion of light activated resin systems. *Dent Mater*. 2006; 22: 1135-1142.
- Ogliari FA, deSordi MLT, Ceschi MA, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. 2,3-epithiopropyl methacrylate as functionalized monomer in a dental adhesive. *J Dent*. 2006; 34: 472-477.
- Ogliari FA, Ely C, Lima GS, Conde MCM, Petzhold CL, Demarco FF, *et al*. Onium salt reduces the inhibitory polymerization effect from an organic solvent in a model dental adhesive resin. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater*. 2008; 86B: 113-118.
- Park SH, Kim SS, Cho YS, Lee SY, Noh BD. Comparison of linear polymerization shrinkage and microhardness between QTH-cured & LED-cured composites. *Oper Dent*. 2005; 20-4: 461-467.

- Polydouro O, Manolakis A, Hellwig E, Hahn P. Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units. *Clin Oral Invest.* 2008; 12: 45-51.
- Rahiotis C, Kakaboura A, Loukides M, Vougiouklakis G. Curing efficiency of various types of light-curing units. *Eur J Oral Sci.* 2004; 112: 89-94.
- Rebelatto C, Reis A, Loguercio AD, Gomes JC, Miranda Júnior WG. In: Reis A, Loguercio AD, organizadores. *Materiais dentários restauradores diretos – dos fundamentos à aplicação clínica.* São Paulo: Editora Santos; 2007. p.275-320.
- Reis A, Loguercio AD, Grande RHM, Carvalho RM. In: Reis A, Loguercio AD, organizadores. *Materiais dentários restauradores diretos – dos fundamentos à aplicação clínica.* São Paulo: Editora Santos; 2007. p.181-216.
- Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Oper Dent.* 2007; 32(6): 571-578.
- Santini A & Miletic V. Quantitative micro-Raman assessment of dentine demineralization, adhesive penetration, and degree of conversion of three dentine bonding systems. *Eur J Oral Sci.* 2008; 116: 177-183.
- Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent.* 2007; 31(1): 79-83.

Schneider LFJ, Consani S, Ogliari F, Correr AB, Sobrinho LC, Sinhoreti MAC.

Effect of time and polymerization cycle on the degree of conversion of a resin composite. *Oper Dent.* 2006; 31(4): 489-495.

Shinohara MS, DeGoes MF, Schneider LFJ, Ferracane JL, Pereira PNR, DiHipólito

V, *et al.* Fluoride-containing adhesive: durability on dentin bonding. *Dent Mater.* 2009; 35: 1524-1532.

Soh MS, Yap AUJ, Yu T, Shen ZX. Analysis of the degree of conversion of LED

and halogen lights using micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent.* 2004; 29(5): 571-577.

Torno V, Soares P, Martin JMH, Mazur RF, Souza EM, Vieira S. Effects of

irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the Knoop and Vickers hardness of a composite resin. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2008; 85B: 166-171.

Üsümez S, Büyükyılmaz T, Karaman AI, Gündüz B. Degree of conversion of two

lingual retainer adhesives cured with different light sources. *Eur J Orthod.* 2005; 27:173-179.

Voltarelli FR, Santos-Daroz CB, Alves MC, Peris AR, Marchi GM. Effectiveness of

resin composite polymerization when cured at different depths and with different curing units. *Gen Dent.* 2009; 57: 314-319.

- Wang Y & Spencer P. Continuing etching of an all-in-one adhesive in wet dentin tubules. *J Dent Res.* 2005; 84(4): 350-354.
- Xu X, Sandras DA, Burgess Jo. Sher Bond strength with increasing light-guide distance from dentin. *J Esthet Restor Dent.* 2006; 18: 19-28.
- Ye Q, Wang Y, Williams K, Spencer P. Characterization of photopolymerization of dentin adhesives as a function of light source and irradiance. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater.* 2007; 80B: 440-446.
- Ye Q, Spencer P, Wang Y, Misra A. Relationship of solvent to the photopolymerization process, properties, and structure in model dentin adhesives. *J Biomed Mater Res.* 2007; 80A: 342-350.
- Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil.* 2002; 29: 1165-1173.

ANEXOS

Anexo 1 – MSDS dos sistemas adesivos utilizados

1.1 Excite

EU Safety Data Sheet

Excite



Date of issue / Reference	27.10.2006	licasa	
Replaces version of	30.03.2005	hot	
Date of printing	27.10.2006	Sheet No. 1348	Page 1 of 5

Company Ivoclar Vivadent AG, Bendererstrasse 2, FL - 9494 Schaan
Principality of Liechtenstein

1 Commercial product name and supplier

1.1 Commercial product name / Designation	Excite
1.2 Application / Use	Bonding agent
1.3 Producer	Ivoclar Vivadent AG, Bendererstrasse 2, FL - 9494 Schaan Fürstentum Liechtenstein
1.4 Supplier	
1.5 TOX emergency number	Emergency-Call: +423 / 235 35 35 or 373 40 40 Ivoclar Vivadent AG, FL-9494 Schaan, Liechtenstein

2 Composition

2.1 Chemical characterization	Mixture of dimethacrylates, alcohol, phosphonic acid acrylate, HEMA (hydroxyethyl methacrylate), SiO ₂ , initiators and stabilizers
2.2 Hazardous components	
	CAS No. 223681-84-3 < 11 % Phosphonic acid acrylate Xi: Irritant. R43: May cause sensitisation by skin contact. R36/38: Irritating to eyes and skin.
	CAS No. 868-77-7 < 15 % HEMA Xi: Irritant. R43: May cause sensitisation by skin contact. R36/38: Irritating to eyes and skin. < 53 % Dimethacrylates (CAS-No. 1565-94-2; 1830-78-0; 72869-86-4)
	CAS No. 64-17-5 < 20 % Alcohol F: Highly flammable. R11: Highly flammable.
2.3 Further information	None.

1.2 Single Bond Plus

1 IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA E DO PRODUTO

3M DO BRASIL LTDA.
Via Anhanguera, km 110
Sumaré - SP
13181-900
Fone: 0800 0132333
Fax : (19) 3838-7715
Fone de Emergência : (19) 3838-7000 (24 horas)

Nome Comercial do Produto
3M(TM) ESPE(TM) ADPER(TM) SINGLE BOND PLUS

Código 3M de Identificação do Produto
70-2010-3673-1, HB-0040-3676-8, HB-0040-2311-3, HO-0023-2996-1,
HO-0022-6887-0, HO-0022-4793-2, HO-0022-4796-5, HO-0022-4794-0,
HO-0022-2491-5, HO-0022-2489-9, HO-0022-2488-1, HO-0022-2487-3

Departamento
DENTAL PRODS

Uso Previsto para o Produto
Dentário

Limitações ao Uso do Produto
O uso é limitado a profissionais da área de odontologia.

2 COMPOSIÇÃO E INFORMAÇÃO SOBRE OS INGREDIENTES

Nome do Componente	No. CAS	Porcentagem
ÁLCOOL ETÍLICO	64-17-5	25 - 35
Símbolos e Frases de Risco: EU-Adaptação 21(F; R:11)		
BISMETACRILATO DE (1-METILETILIDENO) BIS[4,1-FENILENOOXI (2-HIDROXI-3,1-PROPANODIILÓ)]	1565-94-2	10 - 20
Símbolos e Frases de Risco: EU-classificado pela 3M(Xi; R:43)		
SÍLICA TRATADA COM SILÍCIO	Sem No. CAS	10 - 20
METACRILATO DE 2-HIDROXIETILA	868-77-9	5 - 15
Símbolos e Frases de Risco: EU-Adaptação 21(Xi; R:36-38-43)		
1,3-DIMETACRILATO GLICEROL	1830-78-0	5 - 10
Símbolos e Frases de Risco: EU-Classificado 3M(Xi; R:36-37-38-43)		
COPOLÍMERO DO ÁCIDO ACRÍLICO E ITACÔNICO	25948-33-8	5 - 10
DIURETANO DIMETACRILATO	72869-86-4	1 - 5
Símbolos e Frases de Risco: EU-Classificação fornecedor(R:52/53)		
ÁGUA	7732-18-5	< 5

1.3 Clearfil S³ Bond

Kuraray

Material Safety Data Sheet acc. to ISO/DIS 11014

Printing date 10/02/2008

Reviewed on 10/01/2008

1 Identification of substance

- **Product details**
- **Trade name:** CLEARFIL TRI-S BOND (CLEARFIL S³ BOND)
CLEARFIL TRI-S BOND Single Dose (CLEARFIL S³ BOND Single Dose)
- **Article number:** US104-106
- **Application of the substance / the preparation** Dental bonding material
- **Manufacturer:**
Kuraray Medical Inc.
1621 Sakazu, Kurashiki, Okayama 710-0801,
Japan
- **Supplier:**
Kuraray America, Inc.
600 Lexington Avenue, 26th Floor, New York,
NY 10022 U.S.A.
Tel: 800-879-1676
Fax: 888-700-5200
Website: www.kuraraydental.com
- **Information department:** Supplier

2 Composition/Data on components

- **Chemical characterization**
- **Description:** Mixture of the substances listed below with nonhazardous additions.

· **Dangerous components:**

1565-94-2	bisphenol A diglycidylmethacrylate	Warning: ⚠ 3.2/2, 3.3/2A	15-35%
868-77-9	2-hydroxyethyl methacrylate	Warning: ⚠ 3.2/2, 3.3/2A, 3.4.S/1	15-35%
64-17-5	ethanol	Danger: ⚠ 2.6/2	<20%

· **Other ingredients:**

10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate
Colloidal silica
dl-Camphorquinone
Water
Initiators
Accelerators
Others

1.4 Clearfil Protect Bond

kuraray

Material Safety Data Sheet acc. to ISO/DIS 11014

Printing date 10/02/2008

Reviewed on 10/01/2008

1 Identification of substance

- **Product details**
- **Trade name:** CLEARFIL PROTECT BOND ; BOND
- **Article number:** US092-B
- **Application of the substance / the preparation** Dental bonding material
- **Manufacturer:**
Kuraray Medical Inc.
1621 Sakazu, Kurashiki, Okayama 710-0801,
Japan
- **Supplier:**
Kuraray America, Inc.
600 Lexington Avenue, 26th Floor, New York,
NY 10022 U.S.A.
Tel: 800-879-1676
Fax: 888-700-5200
Website: www.kuraraydental.com
- **Information department:** Supplier

2 Composition/Data on components

- **Chemical characterization**
- **Description:** Mixture of the substances listed below with nonhazardous additions.

- **Dangerous components:**

1565-94-2	bisphenol A diglycidylmethacrylate	Warning: ⚠ 3.2/2, 3.3/2A	25-45%
868-77-9	2-hydroxyethyl methacrylate	Warning: ⚠ 3.2/2, 3.3/2A, 3.4.S/1	20-40%
7681-49-4	sodium fluoride	Danger: ☠ 3.1.O/3, 3.2/2, 3.3/2A	<1%

- **Other ingredients:**

10-Methacryloyloxydecyl dihydrogen phosphate
Hydrophobic aliphatic dimethacrylate
Colloidal silica
dl-Camphorquinone
Initiators
Accelerators
Others

1.5 Scotchbond Multipurpose

1 IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA E DO PRODUTO

3M DO BRASIL LTDA.

Via Anhanguera, km110
Sumaré - SP
13181-900
F: +19 3838-6959 Fax : +19 3838-6892
24 horas : +19 3838-7000

Nome Comercial do Produto
ADESIVO SCOTCHBOND MULTIPURPOSE 3009 E 7543

Código 3M de Identificação do Produto
FH-5000-3626-1 FH-5000-3627-9 70-2010-0402-8 70-2010-1235-1
70-2010-1317-7 70-2010-1555-2 70-2010-1605-5 70-2010-1611-3
70-2010-1689-9

IDENTIFICAÇÃO DA EMPRESA E DO PRODUTO Continua...

ADESIVO SCOTCHBOND MULTIPURPOSE 3009 E 7543

Página 2 de 8

Departamento
3M ESPE Dental Products

2 COMPOSIÇÃO E INFORMAÇÃO SOBRE OS INGREDIENTES

Nome do Componente	No. CAS	Porcentagem
BISMETACRILATO DE (1-METILETILIDENO)BIS[4,1-FENILENOOXI(2 -HIDROXI-3,1-PROPANODIILÓ)]	1565-94-2	60.0 - 70.0
METACRILATO DE 2-HIDROXIETILA	868-77-9	30.0 - 40.0

Símbolos e Frases de Risco: Xi; R:36/37/38 (Classificado pela 3M)
Símbolos e Frases de Risco: Xi; R:36/38-43

Anexo 2 – Análise de variância dos sistemas adesivos

Tabela 7- Análise de variância (ANOVA com medidas repetidas no tempo) para Excite.

Causas da variação	Grau de liberdade	Quadrado médio	Valor F	Prob > F	
Luz	1	24	25.61	<.0001	**
Dist	2	24	1.90	0.1709	
Luz*Dist	2	24	2.70	0.0876	
Tempo	3	72	53.86	<.0001	**
Luz*tempo	3	72	21.56	<.0001	**
Dist*tempo	6	72	5.30	0.0001	**
Luz*Dist*tempo	6	72	0.57	0.7552	

** Significância de 1%.

Tabela 8- Análise de variância (ANOVA com medidas repetidas no tempo) para Clearfil S³ Bond.

Causas da variação	Grau de liberdade	Quadrado médio	Valor F	Prob > F	
Luz	1	24	107.86	<.0001	**
Dist	2	24	2.50	0.1034	
Luz*Dist	2	24	2.22	0.1304	
Tempo	3	72	90.34	<.0001	**
Luz*tempo	3	72	24.70	<.0001	**
Dist*tempo	6	72	1.03	0.4140	
Luz*Dist*tempo	6	72	1.81	0.1082	

** Significância de 1%.

Tabela 9- Análise de variância (ANOVA com medidas repetidas no tempo) para Clearfil Protect Bond.

Causas da variação	Grau de liberdade	Quadrado médio	Valor F	Prob > F	
Luz	1	24	6.01	0.0219	*
Dist	2	24	1.13	0.3408	
Luz*Dist	2	24	0.16	0.8551	
Tempo	3	72	47.30	<.0001	**
Luz*tempo	3	72	8.38	<.0001	**
Dist*tempo	6	72	0.93	0.4771	
Luz*Dist*tempo	6	72	0.31	0.9322	

* Significância de 5%; ** Significância de 1%.

Tabela 10- Análise de variância (ANOVA com medidas repetidas no tempo) para Scotchbond Multipurpose.

Causas da variação	Grau de liberdade	Quadrado médio	Valor F	Prob, > F	
Luz	1	24	0.54	0.4716	
Dist	2	24	0.70	0.5059	
Luz*Dist	2	24	0.80	0.4592	
Tempo	3	72	18.89	<.0001	**
Luz*tempo	3	72	3.40	0.0221	*
Dist*tempo	6	72	0.46	0.8346	
Luz*Dist*tempo	6	72	0.81	0.5634	

* Significância de 5%; ** Significância de 1%.

Tabela 11- Análise de variância (ANOVA com medidas repetidas no tempo) para Single Bond Plus.

Causas da variação	Grau de liberdade	Quadrado médio	Valor F	Prob > F	
Luz	1	24	0.03	0.8591	
Dist	2	24	1.98	0.1602	
Luz*Dist	2	24	8.29	0.0018	
Tempo	3	72	93.60	<.0001	**
Luz*tempo	3	72	0.70	0.5552	
Dist*tempo	6	72	0.40	0.8749	
Luz*Dist*tempo	6	72	2.49	0.0301	

** Significância de 1%.