

**UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

PRISCILA CAMONDY BERTAGLIA

**“AVALIAÇÃO DA RESISTÊNCIA DE UNIÃO E GRAU DE
CONVERSÃO UTILIZANDO COMPÓSITO A BASE DE SILORANO
EM ASSOCIAÇÃO A SISTEMAS ADESIVOS
AUTOCONDICIONANTES E CONVENCIONAIS”.**

DISSERTAÇÃO de MESTRADO APRESENTADA A
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA DA
UNICAMP PARA OBTENÇÃO DO TÍTULO DE
MESTRE EM CLÍNICA ODONTOLÓGICA, NA ÁREA DE
DENTÍSTICA.

ORIENTADOR: LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE À VERSÃO FINAL
DA DISSERTAÇÃO DEFENDIDA PELO ALUNO,
E ORIENTADA PELO PROF.DR. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

Assinatura do Orientador

PIRACICABA, 2011

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

B461a Bertaglia, Priscila Camondy.
Avaliação da resistência de união e grau de conversão utilizando compósito a base de silorano em associação a sistemas adesivos autocondicionantes e convencionais / Priscila Camondy Bertaglia. -- Piracicaba, SP: [s.n.], 2011.

Orientador: Luís Roberto Marcondes Martins.
Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Resinas compostas. 2. Adesivos dentários. 3. Análise espectral Raman. I. Martins, Luís Roberto Marcondes. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

(mg/fop)

Título em Inglês: Evaluating the bond strength and conversion degree using the silorane composite in association with self-etch and etch & rinse adhesive system

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Composite resins. 2. Dental cements. 3. Spectrum Analysis, Raman

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Mestre em Clínica Odontológica

Banca Examinadora: Luís Alexandre Maffei Sartini Paullilo, Luís Roberto Marcondes Martins, Maria Cecília Caldas Giorgi

Data da Defesa: 15-04-2011

Programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de Mestrado, em sessão pública realizada em 15 de Abril de 2011, considerou a candidata PRISCILA CAMONDY BERTAGLIA aprovada.

Prof. Dr. LUIS ROBERTO MARCONDES MARTINS

Profa. Dra. MARIA CECÍLIA CAUDAS GIORGI

Prof. Dr. LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO

*Dedico este trabalho
primeiramente a Deus. Aos
meus pais, meu namorado
Pablo e amigos pela
compreensão, paciência e
apoio durante todo esse
caminho percorrido.*

Agradecimentos:

Agradeço a Faculdade de Odontologia de Piracicaba e a UNICAMP por oferecer as instalações para a realização desse estudo, no aprimoramento dos meus conhecimentos e pelo incentivo ao estudo. À CAPES pelo auxílio financeiro através da bolsa de estudo de mestrado, concedida em agosto de 2010.

Ao meu orientador, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins por ter sido meu segundo pai aqui em Piracicaba e por me amparar diante às dificuldades enfrentadas. Pela confiança, apoio e conhecimento passado e pela oportunidade de realização de um sonho. Obrigado por confiar em mim.

Obrigado Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Sartini Paulillo pelo apoio quando eu resolvi prestar o mestrado e fui conversar com o senhor durante um congresso em Campinas e pela oportunidade de voltar à pesquisa depois da especialização. Agradeço também pela oportunidade de aprender pelo menos um pouco de seus conhecimentos.

A Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima por sua atenção e dedicação aos alunos, incluindo-me, desde a especialização. Obrigado pelas conversas e conselhos dados, eles foram de muita valia, inclusive de fazer o mestrado e seguir meus estudos e sonhos.

Ao professor Prof. Dr. Flávio Baggio Aguiar por toda a atenção dada quando eu vou procurá-lo, pelo apoio e puxadas de orelhas, pois afinal, sempre podemos melhorar. Eu pensei que era perfeccionista, mas você me mostrou que temos que ser mais que isso, temos que nos adiantar aos problemas e sempre procurar soluções.

Prof. Dra. Giselle Maria Marchi Baron por todo apoio e pelo apoio e auxílio para sobrepor obstáculos do nosso dia-a-dia do mestrado, ajudando a levantar após cada queda e mostrando o melhor caminho a ser seguido, além de todo conhecimento transmitido nesses dois anos.

Ao Prof. Dr. José Roberto Lovadino e Prof. Dr. Marcelo Giannini pelas aulas ministradas e conhecimento transmitido.

Ao Pedro Sérgio Justino, pelo sorriso de cada dia, mesmo quando chegávamos preocupados com um seminário ou com problemas. Obrigado pela sua alegria e pelos cafés, mas mais que isso, por todo seu carinho e atenção com cada um de nós. A Mônica Aparecida Barnabé que sempre tenta solucionar os nossos problemas, mesmo não estando envolvida diretamente, pela atenção e pelo dia-a-dia.

Agradeço aos meus pais, Vander e Vera pelo apoio e compreensão em todos os anos da minha vida. Obrigado por tudo que fizeram e fazem por mim, acreditando nos meus sonhos e fazendo com que eu corra atrás deles. Obrigado à Camila, minha irmã pelo apoio, mesmo que longe.

Ao meu namorado Pablo, que apesar de estar em São Paulo, teve que aguentar crises de choro e nervosismo, sempre calmo e com um sorriso dizendo: “Vai dar tudo certo. Confie em você”. Falando muitas vezes palavras que eram necessárias serem ditas naquelas horas mais difíceis, mesmo não sendo as palavras que nós gostaríamos de ouvir. Você é muito especial para mim.

Aos meus queridos amigos Polyanne, Paulo e Paulinne, amigos de todas as horas, até nas corridas e em momentos difíceis, apoiando e incentivando sempre. Adoro muito vocês. Obrigado por tudo.

A Gisele Silva, aluna do doutorado e amiga, que auxiliou no projeto, na pesquisa e na vida. Seus conhecimentos e conselhos foram muito preciosos. Sinto a sua falta aqui em Piracicaba, mas teremos um longo caminho a ser percorrido no doutorado, afinal, vai ter que me aguentar durante um tempinho em Uberlândia.

Ao Bruno Barreto, ex-aluno do doutorado e agora professor, que ajudou no projeto, nas aulas e nas clínicas da graduação, sempre calmo e centrado. Apreendi muito com você e espero continuar aprendendo.

As minhas companheiras de casa, Bia e Maria, por terem me suportado e auxílio nesses dois anos que passamos juntas.

As minhas irmãs de orientador, Milena e Mayra, como eu poderia esquecer de vocês. Por tudo que vocês fizeram, pelo auxílio, apoio e puxadas de orelhas em todos os momentos da minha vida de mestranda. Gosto muito de vocês. Má, vou sentir a sua falta no doutorado.

Aos meus colegas de mestrado pelos momentos que passamos juntos, sejam eles bons ou ruins. Aprendi e continuo aprendendo com vocês.

Ao Prof. Dr. Yoshio Kawano, do Instituto de Química da USP-São Paulo, pelo conhecimento e atenção prestados quando utilizei o equipamento do Laboratório de Espectroscopia e durante a minha permanência no Instituto.

À Profa. Dra. Glaucia que realizou a estatística desse trabalho e pela atenção quando eu precisava tirar dúvidas ou tentar entender aqueles números e letras.

Muito obrigado aos presentes na minha qualificação e defesa de dissertação do mestrado.

“A lei de ouro do comportamento é a tolerância mútua, já que nunca pensaremos todos da mesma maneira, já que nunca veremos senão uma parte da verdade e sob ângulos diversos.”

Mahatma Gandhi

Resumo:

O objetivo deste estudo foi avaliar a resistência de união e grau de conversão de um compósito a base de silorano em associação a sistemas adesivos autocondicionantes e convencionais. Para a realização do teste de microtração, foram utilizados 50 terceiros molares humanos sem raiz e sem esmalte oclusal e com a superfície dentinária exposta. As amostras foram submetidas ao desgaste da superfície dentinária com lixas de carbetto de silício de granulação 600 para a padronização da lama dentinária e divididas aleatoriamente em cinco grupos de acordo com o sistema adesivo aplicado (n=10): 3 sistemas autocondicionantes G1 - P90; G2 – Adper Easy One Bond; G3 – Adper SE Bond; e dois convencionais G4 – Adper Single Bond 2; G5 – Adper Scotchbond Multi-Use Plus. Em seguida, foram aplicados os sistemas adesivos e a resina composta a base de silorano de acordo com as instruções do fabricante. Após o procedimento restaurador, as amostras foram seccionadas, obtendo-se palitos com largura de 0,7 – 1mm. Foram selecionados aleatoriamente 5 palitos de cada dente para a realização do teste de microtração e fraturados em Máquina de Ensaio Universal. Os valores obtidos em KgF foram convertidos para MPa. Para a avaliação do grau de conversão, através da espectroscopia FT-Raman, foram confeccionados 25 amostras em uma matriz metálica com orifício circular com 2mm de diâmetro e 1mm de altura. Os grupos utilizados neste teste foram os mesmos daqueles usados no teste de microtração. Os sistemas adesivos foram aplicados em uma tira de poliéster, fotoativado e posicionados sobre a resina composta a base de silorano. O conjunto foi fotoativado e seus espectros analisados através da espectroscopia FT-Raman. Os dados foram estatisticamente analisados por meio de análise de variância (ANOVA) *one way* e teste de Tukey com nível de significância de 0,05 ($p \leq 0,05$). O sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Use Plus apresentou os maiores valores de resistência de união (26,07 MPa), porém sem diferença estatística para os sistemas adesivos Adper Single Bond 2 (23,24 MPa) e P90 (20,83 MPa). O sistema adesivo Adper SE Bond apresentou o menor valor de resistência de união (9,65 MPa), não diferindo estatisticamente do sistema Adper Easy One Bond (13,73 MPa), porém com diferença em relação ao sistema adesivo P90. Com relação ao grau de conversão, a resina composta

da face de contato com os sistemas adesivos Adper Scotchbond Multi-Usó Plus e o Adper Single Bond 2 apresentaram maiores valores, porém sem diferença significativa entre si. A resina composta da face em contato com o sistema adesivo P90 apresentou valores intermediários diferindo de todos os sistemas e os menores valores foram obtidos pelos sistemas Adper SE Bond e Easy One Bond, mas sem diferença estatística entre si. Os resultados obtidos nesta pesquisa sugerem que os sistemas adesivos convencionais podem ser utilizados como agentes de união em associação com a resina composta a base de silorano, em dentina.

Palavras-chaves: Sistema Adesivo, Compósito, Resistência de União, FT-Raman

Abstract:

This study evaluated bond strength values and degree of conversion of a Silorane composite in combination with self-etch and etch & rinse adhesive systems. Fifty human third molars with no roots and exposed occlusal dentine surface were used to evaluate microtensile bond strength. The samples were grounded flat using 600-grit silicon carbide papers to standardize the smear layer and they were randomly divided into five groups (n=10): three self-etch systems G1 - P90 adhesive system; G2 – Adper Easy One Bond system; G3 - Adper SE Bond system; and two etch&rinse systems G4 - Single Bond 2; G5 - Adper Scotchbond Multi-Purpose Plus. After that, the adhesive systems and resin-based Silorane were applied following to the manufacturer's instructions. After restorative procedure, samples were sectioned in sticks sectioned in 1X1mm. Five random sticks from each sample were submitted to microtensile test at 0,5mm/min in a Mechanical Testing Machine until fracture. FT-Raman spectroscopy was performed to evaluate degree of conversion 25 samples were produced in a metal matrix with a 2mm-circular hole of diameter and 1mm of height. Groups were the same as those used in the microtensile test. The adhesive systems were applied on a polyester strip, photocured and placed over the Silorane composite. The assembly was cured and their spectra analyzed by FT-Raman spectroscopy. The data was statistically analysed by analysis of variance (ANOVA) and Tukey Test ($p \leq 0,05$). Adper Scotchbond Multi-Purpose Plus presented the highest bond strength (26.07 MPa), however no statistical difference between Single Bond 2 (23.24 MPa) and P90 (20.83 MPa) was observed. Adper SE Bond presented the lowest bond strength (9.65 MPa), without statistical difference neither from Adper Easy One Bond (13.73 MPa) nor P90 adhesive system (20,83 MPa). The composite presented higher values of conversion degree with Adper Scotchbond Multi-Purpose Plus and Single Bond 2 adhesive than the other tested adhesives, with P90 adhesive presented intermediate values with statistical difference among all the adhesive systems. The lowest values were obtained with Adper SE Bond and Easy One Bond, but no difference between them. The results of this research suggest the conventional adhesive systems can be used as coupling agents in combination with Silorane composite in dentin.

Keywords: Adhesive System, Composite , Bond Strength, FT-Raman.

Sumário:

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA	4
3. OBJETIVOS	22
4. MATERIAIS E MÉTODOS	23
5. RESULTADOS	34
6. DISCUSSÃO	36
7. CONCLUSÃO	40
8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	41
9. ANEXO	46

1. Introdução:

As técnicas restauradoras contemporâneas são baseadas nas propriedades adesivas dos materiais resinosos. Buonocore em 1955 introduziu a técnica de condicionamento da superfície do esmalte com ácido fosfórico, capaz de produzir microporosidades no esmalte e conseqüentemente a união de materiais resinosos a essa superfície alterada. E, desde então, pesquisadores e indústrias tentam aprimorar o selamento e a capacidade de adesão dos adesivos odontológicos (Breschi *et al.*, 2008).

Vários sistemas adesivos podem ser encontrados no mercado e são classificados de acordo com a interação do adesivo ao substrato e número de passos. Os adesivos convencionais podem ser de três ou dois passos dependendo se o *primer* e o adesivo são separados ou combinados em um mesmo frasco. O sistema adesivo de três passos inclui a aplicação sucessiva de condicionamento ácido, lavagem e secagem, seguida pela aplicação do *primer* (agente promotor de união) e do agente de união. Os sistemas adesivos autocondicionantes possuem em sua composição monômeros acídicos que promovem simultaneamente condicionamento de superfície e união aos tecidos dentais. A infiltração dos monômeros do adesivo autocondicionante ocorre simultaneamente com o condicionamento, resultando em redução da área de fibras colágenas não infiltradas e, por conseguinte, a nanoiltração (Silva e Souza Jr *et al.*, 2010).

Os compósitos, em sua maioria, possuem o monômero Bis-GMA em sua composição, o qual foi introduzido por Bowen em 1962. Associado a esse monômero, pode-se encontrar diferentes comonômeros, como o uretano dimetacrilato (UDMA), que foi desenvolvido para melhorar as propriedades físicas e químicas, por exemplo, o aumento da viscosidade e reologia que comprometem as características de manipulação do material e o trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), o qual diminui a viscosidade do material (Weinmann *et al.*, 2005; Navarra *et al.*, 2009).

A polimerização dos materiais resinosos traz consigo como principal efeito adverso a contração volumétrica. Essa contração ocorre ao longo de

todo o processo de conversão dos monômeros em polímeros e sua tensão ocorre na transição da fase gel para um estado amorfo isotrópico quando fotoativado, contribuindo para a formação de tensões ao longo da interface adesiva das restaurações (Navarra *et al.*, 2009). Isso pode resultar em desadaptação e pigmentação marginal, microinfiltração, cárie, trincas no esmalte e sensibilidade pós-operatória (Duarte Jr., 2009).

A fim de reduzir a contração de polimerização, algumas alterações na resina composta têm sido propostas com a principal mudança química ou estrutural do monômero da matriz resinosa, e a quantidade, forma e/ou tratamento superficial da partícula de carga (Ilie & Hickel, 2006).

Tendo em vista essas modificações propostas, Mozsner *et al.* (1999) sugeriram que derivados do vinil ciclopropano, monômero de cadeia aberta, fossem incorporados à composição da resina composta a base de metacrilato, atuando como copolimerizadores e, por conseguinte, reduzindo a contração de polimerização. Dessa forma, foi introduzido no mercado odontológico um sistema restaurador a base de monômeros catiônicos de cadeia aberta com perfil de baixa contração (0,9%) em relação com os monômeros de Bis-GMA e alta reatividade chamado de silorano (Weinmann *et al.*, 2005).

O silorano é obtido por meio da reação de moléculas de oxirano e siloxano. Ele combina as duas principais vantagens dos componentes individuais: baixa contração de polimerização devido à cadeia aberta do monômero oxirano e a diminuição da afinidade à água (mais hidrófobo) do siloxano (Ilie & Hickel, 2006).

O compósito a base de silorano possui um sistema adesivo específico do tipo autocondicionante de dois passos. O primer autocondicionante fotopolimerizável contém metacrilatos mono e bifuncionais, enquanto o adesivo resinoso polimerizável contém metacrilatos bifuncionais (Navarra *et al.*, 2009). No entanto, tem-se pouco conhecimento sobre a resistência de união obtida por esse tipo de resina composta associada ao seu adesivo ou aos adesivos a base de metacrilatos ou sobre a cinética de polimerização que ocorre na interface adesiva (Navarra *et al.*, 2009/ Duarte Jr

et al., 2009). Assim, a hipótese levantada nesse estudo foi que o grau de conversão da resina composta a base de silorano e a resistência de união são influenciados pelo tipo de sistema adesivo utilizado na hibridização da dentina.

2. Revisão de Literatura:

2.1 Sistema Adesivo:

BUONOCORE, em 1955, realizou um estudo utilizando diferentes técnicas de tratamento da superfície do esmalte. Foi usada uma solução a base de fosfomolibdato contendo tungstato de sódio a 50% (Folin-Wii), em conjunto com solução de ácido oxálico a 10% e uma solução de ácido fosfórico a 85%. Uma comparação qualitativa foi obtida por um teste periódico da resistência à tração. Todas as restaurações em resina acrílica do grupo controle, ou seja, que não receberam tratamento na superfície de esmalte, se despreendeu em menos de 24 horas. Nas restaurações dos dentes com tratamento superficial do esmalte, 50% foram removidas mecanicamente e metade resultou em fratura da resina. Ele propôs que o aumento da adesão ocorreu devido ao aumento da área superficial ocorrido pelo tratamento de superfície de esmalte e a remoção da superfície de esmalte antigo, completamente inerte, expondo uma superfície recente, reativo e mais favorável à adesão. Independente do mecanismo envolvido foi observado aumento notável da adesão pelos tratamentos ácidos. Além disso, o autor relatou que o uso de ácidos pode aumentar o molhamento da superfície, permitindo maior contato entre a resina acrílica e o esmalte, favorecendo a adesão.

Em 1980, FURUSKI & FUSAYAMA avaliaram o efeito do tratamento das paredes do preparo cavitário com o cianocrilato (etil e metil-cianocrilato) em restaurações em resina composta. O tratamento da superfície não conseguiu manter a união do conjunto, por outro lado, houve melhor vedamento marginal in vivo e in vitro, mesmo quando submetido à ciclagem térmica. Os autores relataram que a resposta pulpar mostrou irritação inicial, que desapareceu completamente após quatro semanas. Além disso, entre os tipos de cianocrilato, o etilcianocrilato apresentou melhor adesão, menor infiltração e menor resposta pulpar.

STANFORD *et al.*, 1985, realizaram um estudo que comparou a efetividade dos agentes adesivos na união dentinária. Quatro agentes adesivos foram utilizados: Dentin-Adhesit™, Scotchbond™, Creation™ e Clearfil New Bond™. As amostras que utilizaram agentes de limpeza ou condicionamento da dentina apresentaram valores de resistência de união por tração de aproximadamente o dobro dos valores alcançados nas amostras do grupo controle. Aumento semelhante foi encontrado na resistência de união por cisalhamento. Em relação à profundidade da dentina, a resistência de união realizada por meio dos testes de tração e cisalhamento foram maiores na dentina oclusal se comparado com a dentina mais próxima da polpa. Os autores relataram que o condicionamento da dentina, a lama dentinária (*smear layer*) e sua remoção, contração de polimerização do material resinoso, a profundidade e plano da dentina, o uso de dente armazenado e recém-extraído e a estrutura do tratamento dentinário são os fatores que podem influenciar a resistência de união sob condições laboratoriais.

O'SULLIVAN *et al.*, em 1987, avaliaram a resistência de união do compósito fotoativado Conclude à dentina sob diferentes condições ambientais com o sistema adesivo Scotchbond, o sistema FNP e uma resina sem carga a base de Bis-GMA como agente de união. No entanto, os sistemas adesivos apresentaram altos valores para resistência de união em esmalte, diferentemente daqueles obtidos no substrato dentinário. Somente o sistema adesivo FNP forneceu valores de resistência de união mais altos sob as três condições testadas.

RUYTER, em 1992, revisou e discutiu a química dos sistemas adesivos. Segundo o autor, os agentes adesivos deve ter a habilidade de umidificar e aderir aos tecidos dentais duros. Diversos sistemas dentais de união foram avaliados e caracterizados de acordo com o conteúdo de monômeros que possuem grupos hidrofílicos e hidrofóbicos. O sistema adesivo polimerizável deveria prover uma ligação estável entre a estrutura dentinária e a restauração. Além disso, alguns sistemas adesivos promovem aceitável adesão inicial, mas ao longo dos anos, a união é questionável.

PERDIGÃO, em 2002, discute em seu artigo o substrato dentinário ideal para a adesão e os testes que podem ser realizados para a avaliação da resistência de união. Segundo o autor, o substrato dentinário deve se manter úmido após o condicionamento ácido para a manutenção da rede de fibrilas colágenas da zona superficial desmineralizada e permitir a penetração de monômeros adesivos através dos nanoespaços, elevando os valores de resistência de união *in vitro*. Os adesivos convencionais apresentaram sucesso clínico acima de 90% em 1-2 anos quando aplicado em cavidades classe V. Segundo o autor, o teste de resistência de união por microtração permite avaliar a interface adesiva sem interferência de forças oblíquas e em pequenas áreas.

Em 2004, TYAS & BURROW realizaram uma revisão sobre os materiais restauradores adesivos. Ele relatou que Buonocore tentou introduzir um adesivo dentinário, porém a adesão não foi bem sucedida. Bowen iniciou uma pesquisa de novas fórmulas de resina mais tolerantes a água, assim como métodos para tratamento da dentina com soluções a base de oxalatos para aumentar a adesão. Esses autores classificaram os sistemas adesivos pelo número de passos necessários para completar o processo de união. O sistema adesivo de três passos foi representado pelos materiais que possuem passos separados para o condicionamento ácido, primer e adesivo. O sistema de dois passos foi subdividido em dois subgrupos: o primeiro apresenta um condicionamento ácido separado e uma solução com primer e adesivo no mesmo frasco; o segundo apresenta uma combinação de condicionamento ácido e primer em um único frasco e outro com o adesivo, por isso também foram chamados de autocondicionantes. O terceiro grupo também foi chamado de "All-in-one", e ele combina todos os passos em um único processo (condicionamento ácido, primer e adesivo em um único frasco).

SENSI *et al.*, em 2005, realizaram um estudo que comparou a resistência de união por cisalhamento de seis sistemas de união autocondicionantes e um sistema de união convencional de frasco único. Foram utilizados 70 dentes bovinos recém-extraídos, divididos aleatoriamente nos seguintes grupos (n=10): Adper Prompt Self-Etch Adhesive, One-Up Bond

F, AdheSE, Clearfil SE Bond, Optibond Solo Plus-Self-Etch, Tyrian SPE e single Bond Plus. Todos os adesivos foram aplicados de acordo com as instruções do fabricante. As amostras foram submetidas à ciclagem térmica (500 ciclos com temperatura de 5 a 55°C). Posteriormente, as amostras foram submetidas ao teste de cisalhamento na Máquina de Teste Universal Instron a uma velocidade de 0,5mm/min. Os sistemas adesivos autocondicionantes alcançaram valores de resistência de união por cisalhamento semelhantes ao sistema adesivo convencional. Entretanto, os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único mostraram valores para resistência de união por cisalhamento diferente e inferiores aos demais sistemas.

Neste mesmo ano, SALZ *et al.* determinaram a estabilidade hidrolítica de um monômero a base de metacrilato em comparação com um novo ácido éter acrílico fosfônico associado a um monômero de ligação a base de acrilamida sob condições aquosas ácidas. Para confirmar o potencial desses novos monômeros como componentes de um primer autocondicionante foi determinada a resistência de união por cisalhamento em esmalte e dentina dos primers autocondicionantes dos sistemas adesivos e comparado com sistemas de união convencionais e sistemas autocondicionantes de dois passos. Os sistemas adesivos convencionais a base de metacrilato mostraram rápida hidrólise sob condições aquosas ácidas. No entanto, o primer autocondicionante se mostrou estável sob as mesmas condições, além de apresentar valores mais elevados de resistência de união por cisalhamento.

No ano seguinte, 2006, MAURIN *et al.* compararam a resistência de união de dois adesivos autocondicionantes de um passo (Prompt L-Pop 2 e Adper Prompt L-Pop) a um sistema adesivo convencional de três passos (Scotchbond MultiPurpose Plus). Foram utilizados 120 superfícies dentinária de dentes humanos, divididos aleatoriamente em 3 grupos com 40 amostras cada. Após a aplicação do sistema adesivo, foram confeccionadas blocos de resina composta, através de molde em teflon, com 5 mm de diâmetro e 5 mm de altura. As amostras de cada grupo foram subdivididas em 2 grupos de 20 amostras cada, sendo essas submetidas ao teste de resistência de união por cisalhamento ou tração. O estudo mostrou que as modificações químicas dos

sistemas adesivos autocondicionantes de um passo não melhoram as propriedades mecânicas, obtendo-se valores inferiores na resistência de união por cisalhamento e tração.

VAN LANDUYT *et al.*, em 2009, examinaram se os sistemas adesivos autocondicionantes de passo único (1-SEAs) realmente apresentam vantagens sobre os sistemas adesivos de passos distintos. Eles avaliaram nove sistemas adesivos autocondicionantes de passo único (Absolute, Adper Prompt L-Pop, Clearfil S³ Bond, G-Bond, Hybrid Bond, iBond, One-Up Bond F Plus, Optibond All-in-one e Xeno III), um sistema adesivo autocondicionante de dois passos (Clearfil SE Bond) e um sistema adesivo convencional de três passos (Optibond FL). Foi realizado teste de resistência de união por microtração e a interface adesiva foi caracterizada pela microscopia eletrônica de transmissão. Os autores concluíram que os sistemas chamados de “simplificados”, não são necessariamente o mesmo que “melhores”. Os valores da resistência de união desses sistemas tendem a ser menores. Além disso, eles estão propensos à presença de *water trees*, que dificultariam a técnica de aplicação e causariam maior sensibilidade. Em relação ao sistema adesivo Clearfil SE Bond, ele possui vantagens como sensibilidade técnica e técnica de aplicação se comparado com o sistema adesivo de três passos Optibond FL.

2.2 Resina Composta a Base de Silorano:

WEINMANN *et al.* (2005) compararam o perfil do produto de um compósito à base de silorano com o perfil de um produto a base de metacrilato. Quatro resinas compostas a base de metacrilato (Filtek Z250, Filtek P60, Tetric Ceram, TPH Spectrum) e uma resina composta a base de silorano foram submetidos aos testes de resistência à compressão, resistência flexural, módulo de elasticidade e estabilidade à luz ambiente. Os autores relataram que a tecnologia Silorano fornece aos compósitos restauradores uma menor contração de polimerização, tensão e maior estabilidade a luz ambiente. Ao mesmo tempo, o Silorano revela alta reatividade e propriedades mecânicas

comparáveis aos compósitos à base de metacrilato, os quais são clinicamente bem sucedidos.

Em 2006, ILIE & HICKEL realizaram um estudo cujo objetivo foi examinar as características de um compósito a base de silorano, em termos de grau de conversão e propriedades mecânicas como a dureza e módulo de elasticidade, sob condições de polimerização adversas e compará-lo com o conhecido compósito a base de metacrilato quando avaliado sob condições equivalentes. Neste estudo foi utilizada uma resina experimental a base de silorano na cor A3 e dezesseis regimes de polimerização, sendo uma unidade de luz halógena e três unidades de LED. Após um período de observação de 20 minutos, o tempo de polimerização, e não a irradiância das unidades polimerizadoras testadas, foram determinantes para alcançar um alto grau de conversão. As propriedades mecânicas do compósito a base de silorano tendem a diminuir com a profundidade e os autores sugerem que o sucesso clínico é comparável ao dos compósitos a base de metacrilatos.

Em 2007, ILIE *et al.* examinaram o comportamento da contração de um compósito a base de silorano, o qual possuía uma nova formulação química. As unidades polimerizadoras usadas foram o Bluephase (Ivoclar-Vivadent) , equipado com ponteira de concentração de luz denominada TURBO, e o MiniLED (Satelec), equipado com uma ponteira padrão. As amostras foram confeccionadas em um dispositivo de alumínio e o compósito inserido pela técnica incremental com incrementos de no máximo 2mm. Neste estudo foram analisados a tensão de contração, coeficiente linear/tempo de contração e tempo de geleificação. Os autores relataram que o compósito a base de silorano exibiu valores de tensão durante a contração menor em comparação a um compósito convencional a base de metacrilato. Porém, a tensão devido à contração térmica após a exposição de luz não foi significativa e poderia ser reduzida pela aplicação alteração da estratégia de polimerização.

LIEN & VANDEWALLE, em 2009, realizaram um estudo que determinou e distinguiu as propriedades físicas de um novo material restaurador baseado em silorano em comparação com cinco materiais

restauradores (compômero, giomer, compósito nanoparticulado, híbrido e microhíbrido). As amostras foram analisadas quanto à resistência à compressão, resistência à tensão diametral, resistência flexural, resistência à fratura, microdureza de Knoop e contração de polimerização. Quando os materiais foram comparados, o compósito a base de silorano apresentou menor contração de polimerização, alto módulo flexural e resistência à fratura, porém baixa resistência à compressão e microdureza.

No mesmo ano, DUARTE JR *et al.*, avaliaram as propriedades físicas e mecânicas de um compósito a base de silorano. Segundo os autores, o compósito a base de silorano apresenta polimerização por reação catiônica de cadeia aberta, onde o principal centro reativo da cadeia propagadora é um íon com carga positiva do átomo de carbono. Esse tipo de reação de polimerização leva a menor contração de polimerização, em torno de 0,9% em volume, resultando em melhor adaptação, com limitada deflexão de cúspide, se comparada com os compósitos à base de metacrilatos. Os autores relataram que os sistemas de polimerização catiônica são muito susceptíveis a umidade. Quando o compósito a base de silorano entra em contato com a umidade, a água competirá com o monômero dos íons oxônios e a reação catiônica será inativada e a polimerização afetada. Porém, uma vez polimerizado, o compósito apresentou estabilidade química em ambiente aquoso e reduzida sorção de água. Em relação ao sistema adesivo a base de silorano, ele é composto de um primer autocondicionante hidrofílico de passo único e uma resina viscosa hidrofóbica. Os autores demonstraram maior estabilidade de cor e retenção de brilho nos compósitos a base de silorano em comparação com os compósitos a base de dimetacrilatos.

ILIE & HICKEL, em 2009, analisaram o comportamento mecânico do compósito a base de silorano em comparação com seis compósitos a base de metacrilatos bem sucedidos clinicamente (materiais micro e nano-híbridos), após envelhecimento e estocagem em diferentes soluções. Foram utilizados as resinas Filtek Silorano, Tetric Ceram, Tetric Ceram HB, Esthet X, Tetric EvoCeram e Filtek Supreme XT. As amostras foram submetidas aos testes de resistência flexural, módulo de elasticidade, dureza Vickers, escoamento, $\tan \delta$

e estocagem. A maior influência nas propriedades mecânicas na escala macroscópica ocorreu pelo meio de estocagem, embora a influência do material também fosse significativa. Na escala micro e nano, o material teve maior influência nas propriedades mecânicas do que o regime de estocagem. Os compósitos nanoparticulados apresentaram maior degradação quando estocados em água ou saliva se comparados com os compósitos microhíbridos, embora o efeito da estocagem em álcool fosse material dependente. Os compósitos a base de silorano apresentaram boas propriedades mecânicas. Esse material se revelou estável e mais confiável em todas as soluções para estocagem do que os materiais a base de metacrilato.

DUARTE JR *et al.* (2009) estudaram a resistência de união através do teste de microtração (μ TBS) e nanoinfiltração na camada híbrida dentinária da resina Filtek Low Shrinkage, a base de silorano, em função do tempo e tratamento da dentina. Foram usados 32 dentes terceiros molares humanos hígidos, distribuídos em quatro grupos: sistema adesivo a base de silorano, condicionamento dentinário com ácido fosfórico por 15 segundos seguido de aplicação do sistema adesivo a base de silorano, Adper Single Bond Plus, Adper Single Bond Plus e adesivo a base de silorano. Foram confeccionadas amostras na forma de palito, com secção de $0.8 \pm 0.2\text{mm}^2$. O teste de microtração foi realizada a uma velocidade de 1 mm/min. Cinco palitos de cada dente foram selecionados para a realização do teste de nanoinfiltração e avaliação em microscopia eletrônica de varredura. Os autores concluíram que a aplicação de um adesivo convencional a base de metacrilato seguido por resina hidrofóbica produz resistência de união aceitável. Além disso, o envelhecimento não afetou a resistência de união, enquanto que o condicionamento prévio da dentina não melhorou significativamente a resistência de união dos compósitos de baixa contração. O estudo mostrou que nenhum dos tratamentos foi capaz de eliminar significativamente a nanoinfiltração.

No ano seguinte, em 2010, KOPPERUD descreveu as substâncias liberadas da resina a base de silorano (Filtek Silorano, 3M ESPE) em soluções de água e álcool. As amostras de resina composta foram obtidas a partir de um

molde com 5mm de diâmetro e 2mm de espessura e polimerizadas com fonte polimerizadora do tipo LED (LE Demetron I, Kerr) com potência de 1100mW/cm². As amostras foram irradiadas no topo e na base por 40 segundos de cada lado, de acordo com o fabricante. As amostras foram transferidas imediatamente para tubos de ensaio de vidro e imersas em 3ml de água destilada ou álcool a 75%. A análise química foi realizada através da espectroscopia cromatográfica após 1, 4, 24 e 72 horas. Nenhuma substância foi encontrada nas soluções de água, enquanto que monômeros silorano e um componente fotoiniciador foram liberados do material na solução de álcool.

AL-BONI & RAJA, em 2010, analisaram a microinfiltração dos compósitos a base de silorano em comparação com dois compósitos a base de metacrilatos. Foram preparadas cavidades classe I em 45 dentes humanos (pré-molares), e divididos aleatoriamente em três grupos: G1: resina Filtek P90 (compósito a base de silorano) e sistema adesivo a base de silorano; G2: Filtek Z250 e Adper SE Bond; G3: Peak SE e Amelogen Plus. As amostras foram submetidas ao regime de termociclagem e a infiltração avaliada após 30 minutos de imersão em solução de azul de metileno a 2%. Todos os compósitos apresentaram microinfiltração. O compósito a base de silorano mostrou menor microinfiltração comparável ao compósito à base de metacrilato, com sucesso clínico comprovado em outros estudos.

2.3 Testes de Resistência de União - Microtração:

Apesar de diversas vantagens na tecnologia adesiva desde a introdução do condicionamento ácido por Buonocore em 1955, a interface dente-compósito, material cimentante ou adesivo permanecem como os fatores questionáveis das restaurações adesivas (Salz & Bock, 2010).

SANO *et al.*, em 1994, analisaram a relação entre a área superficial aderida de dentina e a resistência de união por tração dos materiais adesivos. Foram utilizados terceiros molares humanos hígidos sem superfície de esmalte oclusal. A dentina foi planificada e realizada a aplicação da resina composta unida à dentina através de sistemas adesivos, formando uma coroa de resina

composta. Após 24 horas, os espécimes foram seccionados paralelamente ao longo eixo do dente, obtendo-se de 10-20 fatias. As secções foram aparadas usando ponta diamantada em alta rotação, obtendo-se a forma de uma ampulheta com a porção mais fina correspondendo à interface adesiva. A área superficial variou de acordo com a espessura e profundidade dos espécimes. A resistência de união por tração foi realizada em máquina de ensaio universal. A resistência de união foi inversamente proporcional à área superficial aderida. Em áreas superficiais menores de 0.4 mm², a resistência de união para o Clearfil Liner Bond 2 (Kuraray Co., Ltda.) foi de 55 MPa, 38 MPa para o sistema adesivo Scotchbond MP (3M Dental Products) e 20 MPa para o Vitremer (3M Dental Products). Todas as pequenas áreas superficiais geraram falhas de natureza adesiva. Este método de avaliação permitiu medir a resistência de união sem falhas coesivas da dentina e a utilização de um único dente para múltiplas medidas.

Em 1995, PASHLEY *et al.* realizaram uma revisão dos testes de união à dentina de agentes adesivos. Segundo os autores, novos métodos têm sido desenvolvidos para a análise da resistência de união. Um desses novos métodos é o teste de microtração. Eles relataram uma tendência para áreas superficiais adesivas amplas em produzir falhas na dentina em testes com resistências de união relativamente baixa. A área da secção transversal dos espécimes foi reduzida, em relação ao teste de tração, o número de falhas coesivas na dentina diminuiu para zero em áreas de aproximadamente 2mm². Abaixo desse valor, todas as falhas foram de natureza adesiva. Como os espécimes possuem tamanho reduzido, a distribuição de tensões é melhorada e, por isso, as falhas dos materiais são mais próximas da sua resistência verdadeira.

CARDOSO *et al.*, em 1998, determinaram a resistência de união entre a dentina e três sistemas adesivos através dos testes de tração, microtração e cisalhamento. Foram utilizados terceiros molares humanos hígidos embebidos em resina acrílica e com a superfície lisa de dentina exposta. Cada amostra foi preparada para ser submetida aos testes de resistência de união por microtração, tração e cisalhamento. Foram utilizados

os seguintes sistemas adesivos: Etch&Prime 3.0 (Degussa AG, Germany), Single Bond (3M Dental Products, EUA) e Scotchbond Multi-Purpose Plus (3M Dental Products, EUA). Todos os testes classificaram os adesivos na mesma ordem. Os valores obtidos pela microtração não foram diferentes estatisticamente. Para os testes de cisalhamento e a tração o sistema adesivo Single Bond apresentou maior resistência de união do que Etch&Prime 3.0. O Scotchbond MP Plus originou valores semelhantes aos do Single Bond e Etch&Prime 3.0. Comparando os três testes, a maior significância e o menor coeficiente de variação foram encontrados no teste de microtração. Os autores concluíram que a dimensão das amostras e os procedimentos para a realização do teste devem ser bem definidos a fim de evitar discrepâncias nos valores e resultados. O teste de microtração foi uma alternativa interessante que abre novas possibilidades de estudos.

Em 2006, ILIE *et al.* determinaram a influência da contração de polimerização na resistência de união de oito resinas compostas (Z100 e Filtek Supreme, 3M ESPE; Charisma e Durafill, Heraeus Kulzer; Tetric e In Ten-S, Ivoclar Vivadent; Enamel Plus HFO, GDF; Palfique Estelite Low Flow, Tokuyama) em cavidades Classe I em dentina. A contração de polimerização foi avaliada por 300s em temperatura ambiente com o teste de tensão-deformação (Fator C=0.3). Para a avaliação de resistência de união por microtração, foram confeccionados amostras em dentes humanos hígidos, segundo ou terceiros molares, com forma de ampulheta. Neste estudo também foi realizado o teste de flexão de três pontos para a avaliação do módulo de elasticidade, assim como a variação do módulo de elasticidade e dureza. Uma correlação significativa entre a contração de polimerização e os valores de resistência de união por microtração (μ TBS) foi achada. A correlação entre o módulo de elasticidade no teste de flexão e a tensão de contração, o coeficiente linear, tempo de geleificação e resistência de união por microtração também foram significantes. A alta tensão de polimerização e módulo de elasticidade afetou negativamente a adesão do compósito à estrutura dentinária. Todos os materiais se mostraram com polimerização suficiente durante o processo de polimerização em comparação a superfície polimerizada

e a dureza do topo foi maior do que 80% do valor máximo. O módulo de elasticidade não foi reduzido consideravelmente durante a polimerização.

A influência do modo de fixação das amostras para a realização do teste de resistência de união por microtração foi objeto de estudo de POITEVIN *et al*, em 2007. O objetivo do trabalho foi avaliar o quanto a maneira de fixação das amostras durante o teste de microtração influencia na resistência de união dos sistemas adesivos. Foi comparado um padrão plano e um padrão plano com fenda para facilitar o posicionamento da amostra com a interface adesiva perpendicular ao movimento, desse modo, concentrando melhor a tensão na interface adesiva. O padrão plano com fenda apresentou uma resistência de união maior e o gráfico da curva de fratura mostrou-se mais uniforme. Por outro lado, a fixação da amostra no topo e na base garantiu uma perfeita fixação da interface adesiva perpendicular ao movimento de tração, deixando a amostra perpendicular ao longo eixo do movimento. O gráfico de deformação revelou um padrão completamente diferente na distribuição de tensões. As falhas aconteceram geralmente próximas à interface dentina-compósito e o coeficiente de variância foi menor. Assim, esta nova maneira de fixação produziu dados mais confiáveis de resistência de união.

BRAGA *et al.*, em 2010, realizaram uma revisão focada na geometria das amostras e nos testes mecânicos de resistência de união por cisalhamento e tração. Além das informações da literatura, o efeito de alguns parâmetros na distribuição de tensões na interface adesiva foi avaliado utilizando a análise de elementos finitos. A resistência de união tende a aumentar com pequenas áreas de adesão e com o uso de compósitos com alto módulo de elasticidade. A concentração de tensões na interface adesiva é mais severa no teste de cisalhamento se comparado como de tração. Entre os métodos de cisalhamento, o uso do cinzel mostrou uma maior concentração de tensão. Dentro dos limites sugeridos pelo ISO/TS 11405, a velocidade de aplicação da carga não pareceu influenciar os valores de resistência de união. Os dados atualmente disponíveis de testes adesivos, nos testes de cisalhamento e tração mostraram 44% de falhas adesivas, 31% mistas e 28% de falhas coesivas no substrato (dente ou compósito).

Nesse mesmo ano, ARMSTRONG *et al.* realizaram uma revisão de literatura a respeito da mecânica, geometria, aplicação de carga e outros parâmetros dos testes de resistência de união por microcisalhamento e microtração, e delineando suas vantagens e limitações. O teste de múltiplas amostras de um único dente conserva dente e permite projetos que não são possíveis realizar em testes considerados “macros”. A confecção das amostras, prensão e aplicação de carga, além das propriedades dos materiais dos seus vários componentes comprometem a união dente-compósito, influenciando a distribuição de tensões e, conseqüentemente, a resistência de união e o tipo de falha. Segundo os autores, os testes de resistência de união “micro” e “macro” continuarão ser importantes para a melhora da união dente-compósito, assim como as avaliações morfológicas e espectroscópicas, aumentando a longevidade das restaurações dentárias.

Segundo SALZ & BOCK, 2010, o desempenho dos sistemas adesivos em esmalte e dentina é predominantemente investigado através da resistência de união por tração ou cisalhamento. Segundo os autores, os testes de resistência de união é uma das peças-chave utilizadas para resguardar novos produtos e estudar a influência das variáveis experimentais. O teste de resistência de união por microtração (μ TBS) tornou-se o mais amplamente aceito e o mais frequentemente empregado para medir a resistência de união em dentina. Esse teste foi introduzido por Sano *et al.* em 1994. Esse método apresenta como vantagens: 1. A maioria das falhas é adesiva e poucas são coesivas; 2. Maior resistência de união inicial; 3. Permite medir a resistência de união de uma determinada área; 4. Meios e variâncias podem ser medidas em um único dente; 5. Permite o teste de união entre superfícies irregulares; 6. Permite testar áreas diminutas; 7. Facilita a análise por Microscopia Eletrônica de Varredura das falhas de união desde que a superfície seja de aproximadamente de 1mm². Entre as desvantagens encontramos: 1. Trabalho intensivo e tecnicamente exigente; 2. Dificuldade em medir resistência de união inferiores a 5 Mpa; 3. Requer equipamento específico; 4. As amostras são tão pequenas que desidratam rapidamente.

CABRERA & MACORRA, em 2010, avaliaram o efeito da contração de polimerização sobre a interface adesiva no teste de resistência de união por microtração (μ TBS) na dentina de três compósitos: dois a base de Bis-GMA (Filtek Z250, TPH Spectrum) e uma resina de baixa contração (Filtek Silorano). Foram utilizadas superfícies planas de dentina vestibular de 46 dentes bovinos e restaurados em um (Grupo A) ou em três blocos separados de um incremento de resina composta cada (Grupo B), com localizações semelhantes. Após 24 horas, os dentes restaurados foram seccionados perpendicularmente a interface adesiva, produzindo amostras retangulares (385 amostras foram confeccionadas para o Grupo A e 132 para o Grupo B), e submetidos à tração (com velocidade da carga de 1mm/min) antes da fratura. Os resultados do teste de microtração (μ TBS) foram ajustado de acordo com a área de adesão e transformado em porcentagem dos valores máximos dentro de cada dente (PTens). No Grupo A, a distância da parede gengival de cada amostra foram transformadas em distância P: a porcentagem daquela distância dentro da amostra. A correlação não-paramétrica de Spearman mostrou que para a resina composta Z250, TPH e Silorano, no Grupo A, o coeficiente de correlação foi positiva para metade das restaurações (0-50% de distância P), e negativa para a outra metade (50-100% de distância P). Para todos os materiais, os valores de PTens nos extremos das restaurações (agrupados de 0-100% de distância P) no Grupo A foram menores que os valores correspondentes no Grupo B. Esses valores foram significantes apenas para a resina composta Z250 e TPH. Os autores concluíram que nos casos de configuração favorável da cavidade (Fator C), a contração de polimerização de restaurações grandes podem reduzir as características mecânicas de interface adesiva, incluindo a resistência de união por microtração. Porém, a relevância dessa redução deve ainda ser estabelecida.

2.4 Grau de Conversão:

Um alto grau de conversão é um pré-requisito para a estabilidade da camada híbrida ao longo do tempo, levando a uma maior durabilidade das restaurações de compósitos (Navarra *et al.*, 2009).

Em 2006, CALHEIROS *et al.* verificaram a influência da exposição radiante (H) na contração (CS), grau de conversão (DC) e propriedades mecânicas de dois compósitos restauradores. Foram utilizados as resinas compostas Filtek Z250 (3M ESPE) e Heliomolar (Ivoclar), fotoativados com 6, 12, 24, ou 36 J/cm² com irradiância contínua de 600mW/cm². A contração de polimerização foi determinada por um teste de baixa conformidade. O grau de conversão, resistência Flexural, módulo flexural e microdureza de Knoop foram medidas após 24 horas de estocagem a 37°C. A microdureza e o grau de conversão foram medidos na superfície irradiada de amostras em forma de discos com 1mm de espessura. As amostras em forma de barras foram submetidas à resistência de flexão de três pontos para determinar a resistência flexural e módulo flexural. Para a Filtek Z250, não há aumento significativo na contração de polimerização em valores de exposição à radiação acima de 12J/cm². O grau de conversão e o módulo flexural foram semelhantes em todos os valores de H, enquanto a resistência flexural aumentou significativamente entre 6 e 24 J/cm². Para o teste de microdureza de Knoop, os valores foram diferentes entre todos os valores de H, exceto entre 12 e 14 J/cm². Para a resina composta Heliomolar, a contração de polimerização e a microdureza de Knoop aumentaram significativamente com o H, exceto entre 24 e 36 J/cm². O grau de conversão, módulo flexural e resistência flexural não variaram, independente da exposição à radiação. Os autores concluíram que os resultados apresentados sugerem que a exposição à radiação de 12 J/cm² seria suficiente para assegurar um alto módulo flexural, resistência flexural e grau de conversão e uma contração de polimerização mínima para ambos compósitos testados. No entanto, a microdureza Knoop não seria beneficiada quando utilizado exposição à radiação de 24 e 36 J/cm².

CASSONI *et al.*, em 2008, realizaram um estudo *In vitro* para avaliar a microdureza Knoop e grau de conversão através da espectroscopia FT-Raman de uma resina microhíbrida (Filtek Z350, 3M ESPE) fotoativada com

aparelhos de luz halógena e laser de argônio. Eles prepararam trinta amostras em forma de disco com 2mm de espessura e 3mm de diâmetro. As amostras foram divididas em três grupos: G1 – fotoativação com aparelho de lâmpada halógena por 20 segundos a uma intensidade de 1000 mW/cm²; G2 – fotoativação com aparelho de laser de argônio a uma potência de 150 mW por 10 segundos; G3 – fotoativação com aparelho de laser de argônio a uma potência de 200 mW por 10 segundos. Todas as amostras foram estocadas em água destilada a 37°C por 24 horas. Para a realização do teste de microdureza Knoop, foram realizadas 5 endentações a uma profundidade de 100 µm para cada espécime. Os valores do grau de conversão foram obtidos pelo teste de espectroscopia FT-Raman. A polimerização com a fonte de luz com lâmpada halógena mostrou maiores valores de microdureza do que a polimerização com a fonte de luz de laser de argônio. Os resultados não mostraram diferença estatística entre o grau de conversão dos compósitos para as duas fontes de luz testadas.

No mesmo ano, da SILVA *et al.* realizaram um estudo cujo objetivo foi analisar a influência do modo de fotoativação no grau de conversão e propriedades mecânicas de duas resinas compostas: resina híbrida P60 (3M ESPE) e nanoparticulada Filtek Supreme (3M ESPE). Os compósitos foram fotoativados de acordo com três protocolos (padrão, alta intensidade e gradual). O grau de conversão foi medido através da espectroscopia FT-Raman. A resistência flexural e módulo flexural foram obtidos através do teste de flexão de três pontos. A microdureza foi avaliada através da endentação de Knoop. Os resultados sugerem que os compósitos nanoparticulados podem apresentar menor grau de conversão e propriedades mecânicas reduzidas se comparado com os compósitos híbridos.

GONÇALVES *et al.*, em 2008, relataram os efeitos do Bis-GMA, TEGDMA e Bis-EMA na contração de polimerização, grau de conversão, contração volumétrica, módulo de elasticidade e a taxa máxima de reação dos compósitos experimentais com diferentes concentrações de Bis-GMA e averiguar a associação entre a contração de polimerização e outras variáveis. A tensão foi medido através do tensilômetro. A contração volumétrica foi

medida através de um dilatômetro de mercúrio, o módulo de elasticidade através do teste flexural. Os fragmentos das amostras submetidas ao teste flexural foram utilizados para a determinação do grau de conversão pela espectroscopia FT-Raman. Os compósitos com menores concentrações de Bis-GMA e aqueles que continham TEGDMA, em suas composições, apresentaram maiores valores de tensão, conversão, contração e módulo de elasticidade. A taxa de polimerização não variou significativamente, exceto pelo menor valor do compósito contendo 66% TEGDMA. Os resultados desse estudo sugerem que os compósitos com o mesmo conteúdo inorgânico, a composição da matriz orgânica desempenha um importante papel na determinação da tensão durante a polimerização, resultado direto que influencia no grau de conversão e, por sua vez, na contração de polimerização e módulo de elasticidade.

No ano seguinte, em 2009, NAVARRA *et al.* avaliaram o grau de conversão da interface adesiva criada pelo sistema adesivo Filtek Silorano e Clearfil Se Bond utilizando a espectroscopia microRaman. Os sistemas adesivos foram aplicados na superfície da dentina humana de acordo com as instruções dos fabricantes. As amostras foram cortadas para expor a interface adesiva aos feixes da espectroscopia micro-Raman. O espectro Raman foram coletados ao longo da interface dentina/primer autocondicionante/ adesivo com intervalos de 1 μ m. Para detectar a penetração dos monômeros dentro da matriz dentinária foram utilizados os picos associados ao mineral (grupo funcional P-O no pico 960 cm^{-1}) e adesivo (grupo funcional C-C-O no pico 605 cm^{-1}), e calculado o grau de conversão. O grau de conversão do sistema adesivo Filtek Silorano foi maior do que o sistema adesivo Clearfil SE Bond na camada híbrida, que poderia contribuir significativamente para uma formação de uma interface adesiva estável.

CADENARO *et al.*, em 2009, avaliaram o conteúdo residual de etanol em cinco adesivos experimentais contendo 10, 20 ou 30% de etanol após a evaporação do solvente. Também foram determinados os efeitos do etanol residual no grau e extensão do grau de conversão. Uma massa conhecida de cada mistura foi colocada em poços de vidro e a solução

evaporada por 60 segundos. A massa das misturas antes e depois da evaporação foram medidas, seguidas pelo cálculo gravimétrico de etanol perdido/retido. A concentração do etanol retido aumenta significativamente com a concentração do mesmo. Como o etanol é evaporado da mistura de comonômeros solvatados, a concentração MOLAR dos comonômeros aumenta, reduzindo a pressão de vapor do etanol remanescente. Então, a fração perdida do solvente etanol diminui com o aumento da concentração de comonômero. O grau de conversão das misturas de etanol na concentração de 10, 20 e 30% em peso aumenta com a concentração de etanol em quatro das cinco soluções experimentais, aumentando para 30-45% quando 10 a 20% em peso de etanol foram adicionada às resinas puras, independente da duração da exposição. Dependendo do sistema resinoso, a inclusão de 30% de etanol em peso abaixou no tempo de 20 segundos, mas aumentou o grau de conversão após 40-60 segundos de exposição à luz. Os autores concluíram que o tempo de trabalho indicado é insuficiente para a maioria das resinas solvatadas, especialmente aquelas que contêm 30% em peso de etanol. O valor máximo de conversão foi geralmente encontrado nas soluções puras ou resinas solvatadas com 10% em peso de etanol.

Em 2010, GONÇALVES *et al.* realizaram um estudo que avaliou a influência da fração inorgânica na contração de polimerização e seus determinantes, como a contração volumétrica de polimerização, módulo de elasticidade e grau de conversão. Foram testados oito compósitos experimentais contendo Bis-GMA, TEGDMA e vidro de Bário com concentrações crescentes de 25-60% em volume. O grau de conversão foi determinado pela espectroscopia FT-Raman, o módulo de elasticidade pelo teste de flexão de três pontos, a contração utilizando um picnômetro de água, a polimerização nominal. Os autores observaram que o aumento do conteúdo inorgânico levou a uma redução da contração volumétrica do compósito, porém o grau de conversão não foi afetado pelo tipo de partícula de carga. Embora a maior mobilidade dos monômeros tenha sido atribuída aos compósitos com baixa fração inorgânica. Os autores relatam uma relação direta entre a contração de polimerização, módulo de elasticidade e grau de conversão.

3. Objetivo:

Avaliar a resistência de união, por meio do teste de microtração, e o grau de conversão, através da espectroscopia FT-Raman, de um compósito a base de silorano (Filtek P90, 3M/ESPE) em associação a sistemas adesivos autocondicionantes e convencionais.

4. Materiais e Métodos:

4.1. Delineamento Experimental:

O presente estudo apresentou duas variáveis de resposta:

1. Resistência de união à dentina (MPa) da resina composta a base de silorano (n=10)
2. Grau de conversão da resina composta da face de contato com o sistema adesivo (n=5).

Este trabalho apresentou um fator em estudo: tipo de sistema adesivo utilizado em cinco níveis:

G1- Sistema Adesivo P90 (autocondicionante);

G2- Sistema Adesivo Adper Easy One Bond (autocondicionante);

G3- Sistema Adesivo Adper SE Bond (autocondicionante);

G4- Sistema Adesivo Single Bond 2 (convencional);

G5- Sistema Adesivo Adper Scotchbond Multi-Use Plus (convencional).

Os métodos de análise empregados foram o Ensaio de Resistência à Microtração e a Avaliação do Grau de Conversão através da Espectroscopia FT-Raman da resina composta da face em contato com o sistema adesivo.

4.2. Materiais:

Os sistemas adesivos que foram utilizados neste estudo estão representados no quadro 1, segundo o MSDS.

MATERIAL	COMPOSIÇÃO	FABRICANTE
Adper Single Bond 2	Álcool etílico, bismetacrilato de (1-metiletilideno) bis [4,1-fenilenooxi (2-hidroxi-3,1-propanodiilo)], sílica tratada com silício, metacrilato de 2-hidroxietila, 1,3-dimetacrilato glicerol, copolímero do ácido acrílico e itacônico, diuretano dimetacrilato, água.	3M/ESPE
Adper Easy One Bond	Metacrilato 2-hidroxietila, dimetacrilato de bisfenol A, diglicidil éter, água, álcool etílico, ácido fosfórico-6-metacriloxi-hexilésteres, sílica tratada com silício, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itacônico, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, óxido de fosfina.	3M/ESPE
Adper SE Bond	Líquido A: água, metacrilato 2-hidroxietil, surfactante, colorante rosa. Líquido B: superfície tratada com zircônia, dimetacrilato de trietileno glicol (TEGDMA), Di- HEMA fosfatos, metacrilato pirofosfatos, mono-HEMA fosfatos, Tri-HEMA fosfato, ácido fosfórico 6-metacrilaloxi-hexilesteres, dimetacrilato 1,6-hexanodiol, diuretanodimatecrlato, trimetacrilato trimetilolpropano, aminobenzoato etil 4-dimetil, DL-conforquinona	3M/ESPE
Sistema Adesivo P90	Primer: metacrilato 2-hidroxietila, bisfenol A diglicidil éter, dimetacrilato (BisGMA), água, álcool etílico, ácido metacriloxi-hexilésteres fosfórico, sílica tratada com silício, dimetacrilato de 1,6-hexanodiol, copolímero de acrílico e ácido itacônico, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, DL-canforoquinona, óxido de fosfina. Bond: dimetacrilato substituto, sílica tratada com silano, dimetacrilato de trietileno glicol (TEGDMA), ácido fosfórico metacriloxi-hexilésteres, dl-canforoquinona, dimetacrilato de 1,6 – hexanodiol.	3M/ESPE
Adper Scotchbond Multi-Usó Plus	Primer: água, metacrilato de 2-hidroxietila, copolímeros de ácido policarboxílico. Bond: bismetacrilato de (1-metiletilideno) bis (4,1-fenilenooxi (2-hidroxi-3,1-propanodiilo), metacrilato de 2-hidroxietila.	3M/ESPE

4.3. Metodologia:

4.3.1. Preparo das amostras para teste de resistência de união em dentina:

Foram utilizados para a avaliação da resistência de união em dentina, 50 terceiros molares, recém-extraídos, livres de cárie dental ou anomalias estruturais visíveis a olho nu e ausência de fraturas provocadas pelo processo de exodontia. As amostras foram armazenadas em soro fisiológico a uma temperatura de 4°C por um período não superior a seis meses.

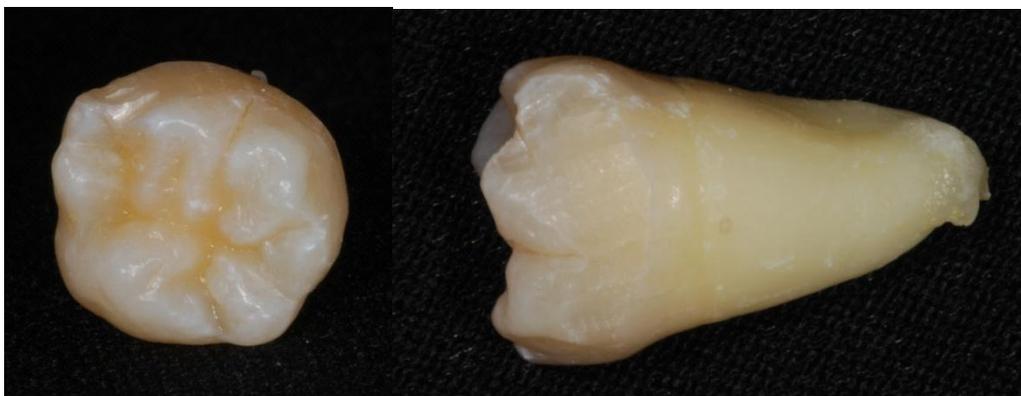


Figura 1 – Amostra de terceiros molares que foram utilizados neste estudo, livres de cárie, anomalias estruturais visíveis a olho nú e fraturas.

Os dentes foram doados por pacientes atendidos por cirurgiões dentistas na cidade de Piracicaba – SP, mediante um termo de consentimento livre e esclarecido. O projeto deste estudo foi encaminhado para a avaliação e aprovação do Comitê de Ética em Pesquisa da Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba, e iniciada após sua aprovação pelo mesmo, aprovação número 130/2009.

Os dentes coletados foram inicialmente limpos com curetas periodontais para remoção de remanescentes orgânicos e inorgânicos. O término da limpeza foi realizado com pasta de pedra-pomes e água e o auxílio de escova de Robson em baixa rotação, seguida de abundante lavagem com água destilada para remoção de resíduos.

Depois de limpos, o esmalte oclusal dos dentes (n=50) foi removido utilizando-se disco de diamante de dupla face (Isomet, Buehler Ltda., Lake Bluff, IL) sob refrigeração à água para expor superfície dentinária. Em seguida, foi realizado o segundo corte no terço médio da raiz, para remoção da região radicular dos dentes e obtenção de uma superfície plana.

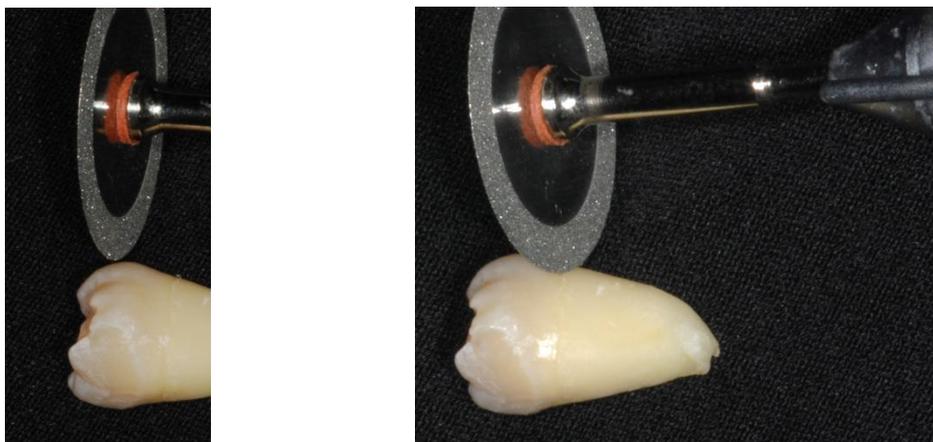


Figura 2 e 3 – Remoção do esmalte oclusal e do terço médio da raiz.

Com o objetivo de padronizar a lama dentinária, as superfícies dentinárias foram submetidas ao desgaste com lixas de carbetto de silício de granulação 600, em politriz sob refrigeração a água durante sessenta segundos, utilizando movimentos em forma de oito. Após o desgaste, as superfícies dentinárias foram observadas sob lupa estereoscópica com aumento de 40X para a verificação da ausência de remanescente de esmalte.



Figura 4 – Amostra previamente à aplicação de adesivo e material restaurador.

4.3.2. Grupos Experimentais (n=10):

Grupo 1 – Sistema Adesivo P90 (autocondicionante) (3M ESPE);

Grupo 2 – Sistema Adesivo Adper Easy One Bond (autocondicionante) (3M ESPE);

Grupo 3 – Sistema Adesivo Adper SE Bond (autocondicionante) (3M ESPE);

Grupo 4 – Sistema Adesivo Single Bond 2 (convencional) (3M ESPE);

Grupo 5 – Sistema Adesivo Adper Scotchbond Multi-Use Plus (convencional) (3M ESPE);

4.3.3. Aplicação dos sistemas adesivos:

Para a aplicação dos sistemas adesivos foram seguidas as instruções do fabricante, como pode ser observado na tabela 3. Foi usado um aparelho fotopolimerizador de luz halógena VIP Jr. (BISCO), com intensidade de 560 mW/cm².

Quadro 2 – Tabela de aplicação dos sistemas adesivos.

Sistema Adesivo	Aplicação do Sistema Adesivo
Adper Single Bond 2	Aplicação de ácido fosfórico a 35% (3M ESPE) por 15s na superfície dentinária. Lavagem da superfície por 10s e secagem com papel absorvente. Aplicação de uma camada do sistema adesivo com pincel descartável. Aplicação da segunda camada. Aguardar 30s. Secagem da amostra com jato de ar por 2-5s e fotoativação do sistema por 10s.
Adper SE Bond	Aplicação do líquido A sobre a superfície com o auxílio de um pincel descartável, aplicação de modo ativo do líquido durante 20s. Aplicação de uma camada do líquido B. Secagem da superfície com jato de ar durante 5 segundos. Aplicação de segunda camada do líquido B, secagem da superfície com jato de ar por 5 segundos e fotoativação do conjunto por 10s.
Adper Easy One Bond	Aplicação do adesivo de modo ativo com pincel descartável durante 20 segundos. Secagem da superfície com jato de ar por 5s. Fotoativação do conjunto por 10s.
Sistema Adesivo P90	Aplicação de modo ativo do primer durante 15s. Secagem da superfície com jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 10s. Aplicação do adesivo com pincel descartável, secagem com jato de ar por 5 segundos e fotoativação por 10s.
Adper Scotchbond Multi-Usos Plus	Aplicação do ácido fosfórico a 35% (3M ESPE) por 15s, lavagem da superfície por 10s e secagem da mesma com papel absorvente. Aplicação do primer com pincel descartável e secagem com jato de ar por 5s. Aplicação do adesivo, secagem da superfície com jato de ar por 5s e fotoativação do conjunto por 10s.

4.3.4. Aplicação do material restaurador:

Após a aplicação do sistema adesivo, foi realizada a restauração com a resina composta Filtek P90 cor A3 (3M ESPE) através da técnica de incrementos oblíquos de, no máximo, 2,5 mm. Sobre a superfície que foi restaurada, posicionou-se uma matriz em silicóna por adição Elite HD

(Zermack) com as medidas de 4 mm de largura, 4 mm de comprimento e 4 mm de altura, para a confecção e padronização das restaurações. Cada incremento foi fotoativado por 40 segundos em aparelho de luz halógena VIP Jr (BISCO, IL, EUA) com intensidade de 560 mW/cm², o mesmo utilizado para a fotoativação dos sistemas adesivos.



Figura 5 – Amostra após a aplicação do sistema adesivo

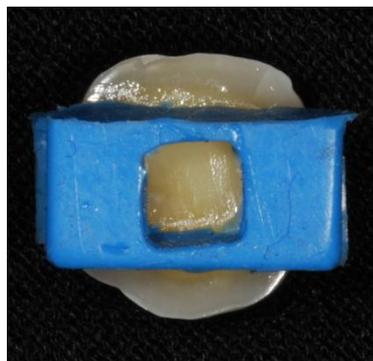


Figura 6 – Posicionamento da matriz de silicone sobre a amostra.



Figura 7 – Amostra após a confecção da restauração em compósito.

4.3.5. Armazenamento das amostras:

Após a realização do procedimento restaurador, as coroas foram fixadas com cera pegajosa (Kerr) em um suporte de acrílico com dimensões de 5 cm X 5 cm X 1 cm para serem fixados na cortadeira metalográfica.

As amostras foram armazenadas por 24 horas a 37°C em água destilada (n=10).

4.3.6. Microtração:

Após 24 horas, cortes seriados foram realizados na cortadeira metalográfica a uma velocidade de 500 rpm no sentido méso-distal e, posteriormente, no sentido vestibulo-lingual das coroas, obtendo-se fatias com largura de 0,7 - 1mm, medido com o auxílio de um paquímetro, para obtenção de uma área de adesão de no máximo 1mm². Os corpos-de-prova foram armazenados em frascos contendo água deionizada, mantidos em estufa a 37°C, durante 24 horas para a realização do ensaio. Foram selecionados, de maneira aleatória, 5 palitos de cada dente para a microtração.

Os palitos selecionados foram fixados no dispositivo para microtração pelas suas extremidades utilizando-se um adesivo a base de cianocrilato (Super Bond gel, Locatite-Henkel, Brasil), de modo a posicionar a área de união perpendicularmente ao longo eixo da força de tração. Os dispositivos foram posicionados na região central da Máquina de Ensaio Universal (EMIC DL 500), com célula de carga de 10N e velocidade de 0,5 mm/min. No momento da fratura, o movimento foi interrompido imediatamente e os valores expressos em Kgf.



Figura 8 – Palito selecionado para realização do teste de microtração.



Figura 9 – Posicionamento do palito no dispositivo para o teste de microtração.

Tendo sido realizado o ensaio de microtração, as dimensões das secções foram medidas com o auxílio de um paquímetro, para a obtenção de valores reais da área de cada espécime. As áreas de união foram calculadas através da seguinte fórmula matemática:

$$A = L1 \times L2,$$

Onde, L1=largura e L2= largura.

Os valores obtidos em KgF, durante o ensaio, foram divididos pela respectiva área de cada espécime, obtendo-se o valor em MPa, através da fórmula abaixo:

$$R = \left(\frac{F}{A} \right) : 9,8$$

Onde R= força em MPa, F= força em KgF, e A= área de união.

Para cada grupo foi obtida a média de valores da resistência de união.

Os resultados foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) *one way* e Tukey com nível de significância de 0,05 ($p \leq 0,05$). Os dados dessa variável foram transformados em raiz quadrada para permitir as análises acima citadas.

4.3.7. Grau de Conversão da Resina:

Foram confeccionadas 25 amostras em uma matriz metálica com orifício circular com 2 mm de diâmetro e 1 mm de altura, divididas aleatoriamente nos 5 grupos acima citados.

Para a confecção das amostras, a resina composta foi introduzida na matriz metálica com o auxílio de uma espátula, em incremento único. Em seguida foi aplicado o sistema adesivo em uma tira de poliéster, fotoativado e a tira posicionada sobre a resina composta. Em seguida, o conjunto foi fotoativado com um aparelho fotopolimerizador de luz halógena VIP Junior (BISCO, IL, EUA) com irradiância de 560 mW/cm², seguindo as instruções do fabricante. Em seguida, a amostra foi posicionada no aparelho Bruker, modelo RFS 100/5, para a realização da espectroscopia FT-Raman. Foram realizados 64 scans de cada amostra. Após a obtenção dos espectros, calculou-se o grau de conversão na resina da face em contato com o sistema adesivo. Foram analisados os picos 999-1000 cm⁻¹, referente à cadeia siloxano, e o pico 1264-1267 cm⁻¹, referente à cadeia de oxirano.



Figura 10 – Inserção da resina composta na matriz metálica.

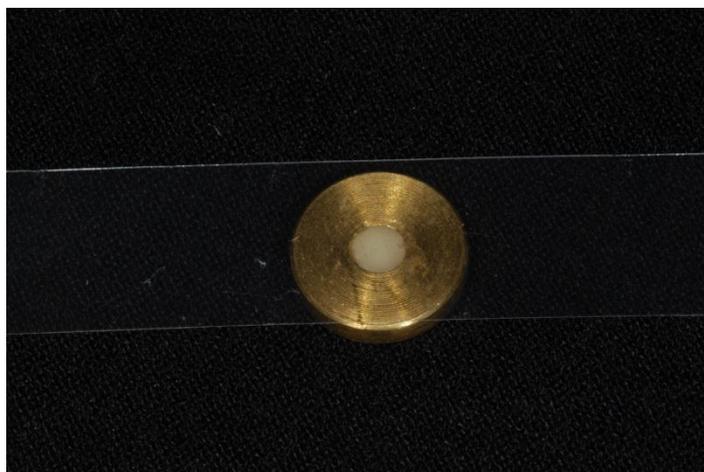


Figura 11 – Posicionamento da tira de poliéster para a polimerização da resina composta.

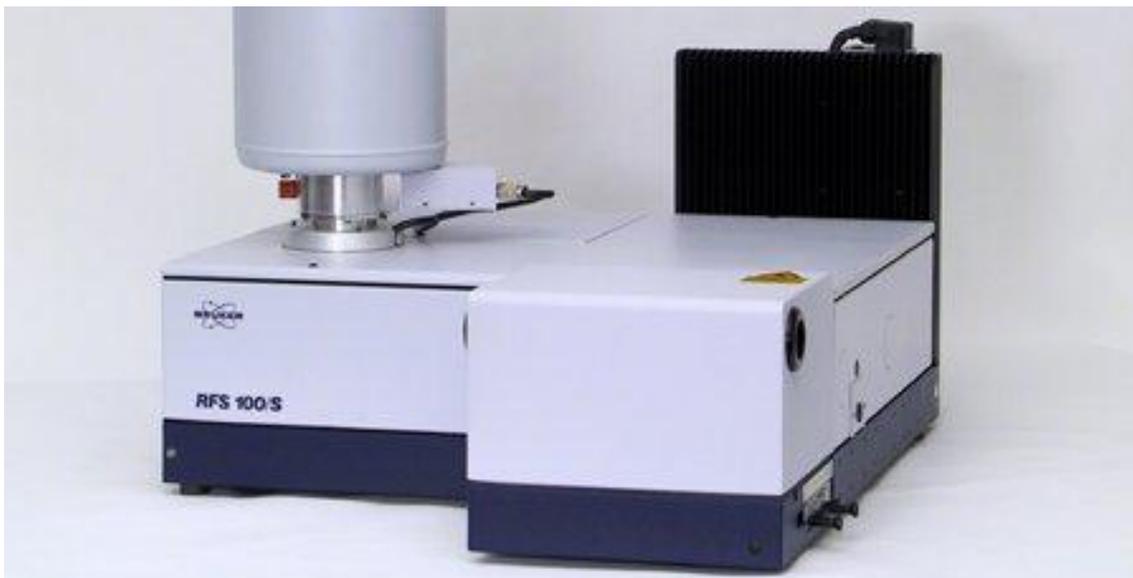


Figura 12 – Equipamento para a realização da espectroscopia FT-Raman (Bruker, modelo RFS 100/5).

O grau de conversão foi calculado pela relação entre os picos de reação e os de referência como mostrado a seguir:

$$DC = \left[1 - \left(\frac{R_{polim}}{R_{n.polim}} \right) \right] \times 100$$

Onde R_{polim} é a razão entre o pico polimerizado 1 (referente à cadeia oxirano – de reação)/ pico polimerizado 2 (referente à cadeia siloxano - referência) e $R_{n.polim}$ é a razão entre o pico não polimerizado 1 referente à cadeia oxirano)/ pico não polimerizado 2 (referente à cadeia siloxano).

Os dados foram estatisticamente analisados por meio de análise de variância (ANOVA) *one way* e teste de Tukey com nível de significância de 0,05 ($p \leq 0,05$).

5. Resultados:

A tabela 1 representa os dados da resistência de união obtida pelo teste de microtração. Os sistemas adesivos Adper Scotchbond Multi-Usso Plus (convencional) apresentaram os maiores valores de resistência de união por microtração, porém sem diferença estatística com os sistemas adesivos Adper Single Bond 2 (convencional) e P90 (autocondicionante). O sistema adesivo Adper SE Bond (autocondicionante) mostrou valores sem diferença estatística em relação ao sistema adesivo P90. O menor valor foi obtido pelo sistema adesivo Adper SE Bond, entretanto não diferiu do sistema adesivo Adper Easy One Bond (autocondicionante).

Tabela 1 – Valores médios e o desvio padrão (DP) da resistência de união por microtração dos sistemas adesivos testados associados ao compósito a base de silorano.

Sistema Adesivo	Média (DP)
Adper Scotchbond Multi-Usso Plus	26,07 (8,08) a
Adper Single Bond 2	23,24 (8,93) a
P90	20,83 (5,72) ab
Adper Easy One Bond	13,73 (5,17) bc
Adper SE Bond	9,65 (3,54) c

Para a variável grau de conversão, os maiores valores foram encontrados nos grupos dos sistemas adesivos Adper Scotchbond Multi-Usso Plus (convencional) (75,86%) e Adper Single Bond 2 (convencional) (73,33%), ambos adesivos do tipo convencional, porém sem diferença estatística entre si. O grupo do sistema adesivo P90 (autocondicionante) apresentou valor intermediário (57,76%) com diferença estatística para os demais sistemas. O menor valor de grau de conversão foi obtido pelo sistema Adper SE Bond (autocondicionante) (42,55%), sem diferença estatística para o sistema Adper

Easy One Bond (autocondicionante) (38,88%). Os valores médios do grau de conversão e o desvio padrão dos mesmos, podem ser observados na tabela 2.

Tabela 2 - Valores médios e desvio padrão (DP) do grau de conversão da face em contato com os sistemas adesivos da resina composta.

Sistema Adesivo	Média% (DP)
Adper Scotchbond Multi-Usó Plus	75,86 (1,52) a
Adper Single Bond 2	73,88 (3,16) a
P90	57,76 (3,03) b
Adper Easy One Bond	42,55 (2,60) c
Adper SE Bond	38,88 (3,95) c

6. Discussão:

A hipótese inicial do presente trabalho foi aceita. O grau de conversão e a resistência de união do compósito a base de silorano à dentina foram influenciados pelo tipo de sistema adesivo empregado. O uso do adesivo convencional de três passos ou dois passos resultou em resistência de união por microtração semelhante ao adesivo específico, o mesmo foi verificado para o grau de conversão da resina composta. Entretanto, nem todos os sistemas adesivos autocondicionantes a base de metacrilato foram efetivos para a adesão à dentina pois o mesmo foi negativamente influenciado.

As resinas a base de silorano, por exemplo, a Filtek P90 (3M ESPE), possui em sua composição uma combinação de duas substâncias, o siloxano e oxirano, da qual deriva o seu nome, Silorano. A molécula de siloxano foi introduzida para prover a resina uma natureza mais hidrofóbica, pois uma sorção alta de água é indesejável, causando alterações nas propriedades físicas nos compósitos (Weinmann *et al.*, 2005). Já a molécula de oxirano foi incorporada na fórmula para prover menor contração durante o processo de polimerização, uma vez que esse monômero possui um mecanismo de polimerização por meio de abertura de anéis (Ilie & Hickel, 2006).

Como ocorre com as resinas de metacrilato, a resina composta a base de silorano também apresenta em sua composição sistemas iniciadores, compostos por moléculas de canforoquinona, um doador de elétrons e um sal a base de iodo. Além disso, a resina a base de silorano possui como partícula de carga o quartzo silanizado, 50-70% em peso, com tamanho inferior a 0,5 μm (Weinmann *et al.*, 2005; Ilie *et al.*, 2007).

A baixa contração de polimerização é a maior vantagem das resinas a base de silorano. Essa menor contração volumétrica, em torno de 0,9%, pode resultar em menor deflexão de cúspide, menor microinfiltração, aumento da adaptação marginal da restauração e menor sensibilidade pós-operatória (Duarte Jr *et al.*, 2009). Essas alterações são desejáveis para aumentar a longevidade das restaurações em resinas compostas, reduzindo falhas

restauradoras inerentes ao material e melhorando o desempenho clínico dos compósitos (Ilie *et al.*, 2007).

A resina composta se baseia nas propriedades adesivas dos materiais. Apesar da melhora dos sistemas adesivos, a sua interface permanece sendo a área mais crítica das restaurações em compósito (Breschi *et al.*, 2008). O uso dos adesivos convencionais, ou seja, que possuem o condicionamento ácido separado do primer e adesivo, segundo Silva e Souza Jr *et al.* (2010), aumentaria a longevidade das restaurações em resina composta pelo decréscimo do manchamento marginal, cáries secundárias e sensibilidade pós-operatória. Porém, os adesivos autocondicionantes parecem promissores clinicamente, uma vez que eliminam o passo de lavagem, reduzindo o tempo de aplicação clínica, a sensibilidade técnica durante a aplicação. Além disso, como a infiltração dos monômeros ocorre simultaneamente ao processo de desmineralização, a presença de fibrilas colágenas não infiltradas, desprotegidas, é significativamente reduzida, assim como a nanoinfiltração (Silva e Souza Jr., 2010).

A cadeia da resina a base de silorano se forma a partir da polimerização catiônica iniciada com a reação da canforoquinona que atua na reação de oxi-redução e decompõe o sal de iodônio em um cátion ácido que inicia a abertura do anel da molécula de oxirano e gera um novo centro ácido (carbonificação) (Weinmann *et al.*, 2005). Considerando que o sistema adesivo não se polimeriza completamente em contato com o oxigênio e que os adesivos autocondicionantes e convencionais de passo único contém monômeros ácidos em contato direto com a camada de compósito, especula-se que esses sistemas adesivos poderiam interferir na polimerização da resina composta (Franco *et al.*, 2005). Sugere-se que quando o pH do sistema adesivo é muito baixo, ocorre a formação de maior quantidade de cátions ácidos na camada de resina composta em contato com os monômeros residuais do sistema adesivo levando a uma saturação dos cátions e de grupo oxirano com a cadeia aberta não reagido, conseqüentemente, suas propriedades físicas e mecânicas estariam comprometidos (Santini *et al.*, 2008; Navarra *et al.*, 2009). O resultado desse estudo foi de acordo com essa

afirmação, onde os valores de resistência de união por microtração e o grau de conversão da resina a base de silorano foi menor nos sistemas adesivos com menor pH. O sistema adesivo Adper SE Bond é classificado como autocondicionante forte, com pH menor que 1, sugerindo que houve comprometimento da reação de polimerização devido ao pH, e por conseguinte, menores valores de resistência de união e grau de conversão em relação aos demais. Os maiores valores foram encontrados nos sistemas adesivos de dois e três passos, que apresentam pH de 4,3 para o Adper Single Bond 2 (convencional) e de 3,3 para o primer do sistema adesivo Adper Scotchbond Multi-Use Plus (convencional) e 8,2 para o adesivo do mesmo.

O sistema adesivo Adper Easy One Bond (autocondicionante) possui uma maior quantidade de água se comparado ao Adper SE Bond (autocondicionante), causando uma pequena elevação no pH da solução, que é de 2,3, próximo do pH que o sistema adesivo P90 (autocondicionante) apresenta, que é de 2,7 (Silva e Souza Jr., 2010). Além disso, o sistema adesivo P90 e o Adper Easy One Bond apresentam formulações semelhantes, diferindo apenas na presença de TEGDMA no adesivo do sistema adesivo P90. Dessa maneira, sugere-se que o comportamento químico e físico seja semelhante nos dois sistemas adesivos.

Os sistemas adesivos convencionais apresentaram valores para o grau de conversão superior aos adesivos autocondicionantes. É suposto que a alta porcentagem de monômeros hidrofílicos nos adesivos autocondicionantes e a presença de água compromete a reação de polimerização, levando a uma polimerização abaixo da ideal, menor grau de conversão, na resina composta da face em contato com o sistema adesivo. O maior valor para o grau de conversão do sistema adesivo P90, em relação aos demais adesivos autocondicionantes, pode ser explicado pela presença de monômeros extremamente hidrofóbicos. Essa camada de resina hidrófoba prove uma estabilidade adicional para a interface pela redução da quantidade de água na interface adesiva, o que não ocorre nos sistemas adesivos autocondicionantes testados nesta pesquisa (Navarra *et al.*, 2009).

Com relação aos sistemas adesivos convencionais, Navarra *et al.* (2009) relataram que os sistemas adesivos de três passos, também chamados de não simplificados, são caracterizados por uma camada hidrofóbica e apresentam um grau de conversão maior se comparados aos sistemas de dois passos, diferindo do resultado apresentado nesse estudo que mostraram resultados sem diferença estatística entre o grau de conversão da resina composta a base de silorano da face em contato com o sistema adesivo convencional de três passos e de dois passos. Segundo Silva e Souza Jr *et al.* (2010), os sistemas adesivos de dois passos tem apresentado menor quantidade de monômeros extremamente hidrofílicos na sua composição, como o HEMA, e sendo substituídos por pequenas quantidades de UDMA e TEG-DMA. Essa substituição diminuiria a permeabilidade da camada adesiva após a polimerização, e, por conseguinte, a presença de água dentro da camada híbrida, levando a uma menor interferência na polimerização do sistema adesivo e da resina composta, mostrando resultados semelhantes entre os sistemas adesivos convencionais de dois e três passos.

Os resultados obtidos nesta pesquisa sugerem que os sistemas adesivos convencionais podem ser utilizados como agentes de união em associação com a resina composta a base de silorano, em dentina, resultando em melhor resistência de união quando comparados com adesivos autocondicionantes, inclusive com o sistema adesivo P90 (autocondicionante). Entretanto, é válido verificar se o mesmo ocorre em esmalte e em situação clínica, uma vez que o fluido dental e outros fatores individuais podem interferir na polimerização do sistema adesivo e da resina composta. Além disso, estudos clínicos são importantes para confirmar o prognóstico dessa associação, uma vez que as condições do meio oral são mais complexas do que aquelas apresentadas em laboratório.

7. Conclusão:

Dentro dos limites deste estudo, podemos concluir que:

- ✓ A resistência de união em dentina apresentada pelos sistemas adesivos convencionais associados à resina a base de silorano foi superior a dos adesivos autocondicionantes e semelhante àquela apresentada pelo sistema adesivo a base de silorano.
- ✓ A resina composta a base de silorano apresentou maior grau de conversão quando em contato aos sistemas adesivos convencionais.

8. Referências Bibliográficas:

1. Al-Boni R, Raja O. Microleakage Evaluation of silorane based composite versus methacrylate based composite. *Journal of Conservative Dentistry*, 2010; 13(3):152-155.
2. Armstrong S, Geraldeli S, Maia R, Raposo LHA, Soares CJ, Yamagawa J. Adhesion to tooth structure: a critical review of “micro” bond strength test methods. *Dental Materials*, 2010; 26:e50-e62.
3. Braga RR, Meira JBC, Boaro LCC, Xavier TA. Adhesion to tooth structure: a critical review of “macro” test methods. *Dental Materials*, 2010; 26: e38-e49.
4. Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Di Leonarda R, Dorigo ES. Dental adhesion review: Aging and stability on the bonded interface. *Dental Materials*, 2008; 24:90-101.
5. Buonocore MG. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. *Journal of Dental Research*, 1955; 34: 849-853.
6. Cabrera E, Macorra JC de la. Microtensile bond strength distributions of three composite materials with different polymerization shrinkages bonded to dentin. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 2010; doi:10.3290/j.jad.a18395.
7. Cadenaro M, Brechi L, Rueggeberg FA, Suchko M, Grodin E, Agee K, Di Leonarda R, Tay FR, Pashley DH. Effects of residual ethanol on the rate and degree of conversion of five experimental resins. *Dental Materials*, 2009; 25: 621-628.
8. Calheiros FC, Kawano Y, Stansbury JW, Braga RR. Influence of radiante exposure on contraction stress, degree of conversion and mechanical properties of resin composites. *Dental Materials*, 2006; 22: 799-803.
9. Cardoso PE, Braga RR, Carrilho MR. Evaluation of micro-tensile, shear and tensile tests determining the bond strength of three adhesive systems. *Dental Materials*, 1998; 14(6): 394-398.
10. Carvalho RM, Garcia FCP, Safira MA e Silva, Castro FLA. Adhesive-Composite incompatibility, part I. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 2005; 17(2):129-134.

11. Carvalho RM, Garcia FCP, Safira MA e Silva, Castro FLA. Adhesive-Composite incompatibility, part II. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry*, 2005; 17(3):191-195.
12. Cassoni A, Feria J de O, Shibli JA, Kawano Y. Knoop microhardness and FT-Raman spectroscopic evaluation of resin-based dental material light-cured by an argon laser and halogen lamp: in vitro study. *Photomedicine and Laser Surgery*, 2008; 26(6): 531-9.
13. Da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG. Influence of light-polymerization modes on the degree of conversion and mechanical properties of resin composites: a comparative analysis between a hybrid and a nanofilled composite. *Operative Dentistry*, 2008; 33(3):287-93.
14. Duarte Jr S, Botta AC, Phark JH, Sadan A. Selected mechanical and physical properties and clinical application of a new low-shrinkage composite restoration. *Quintessence International*, 2009; 40(9): 631-638.
15. Duarte Jr S, Phark JH, Varjão FM, Sadan A. Nanoleakage, ultramorphological characteristics, and microtensile bond strengths of a new low-shrinkage composite to dentin after artificial aging. *Dental Materials*, 2009; 25: 589-600.
16. Eick JD, Smith RE, Pinzino CS, Kostoryz EL. Stability of silorane dental monomers in aqueous systems. *Journal of Dentistry*, 2006; 34: 404-410.
17. Franco EB, Lopes LG, D'Alpino PHP, Pereira JC. Influence of pH of different adhesive systems on the polymerization of a chemically cured composite resin. *Brazilian Dental Journal*, 2005; 16(2): 107-111.
18. Fukushi Y, Fusayama T. Effect of cyanoacrylate treatment of cavity walls. *Journal of Dental Research*, 1980; 59: 662-669.
19. Furuse AY, Gordon K, Rodrigues FP, Silikas N, Watts DC. Colour-stability and gloss-retention of silorane and dimethacrylate composites with accelerated aging. *Journal of Dentistry*, 2008; 36: 945-952.
20. Gonçalves L, Filho JD, Guimarães JG, Poskus LT, Silva EM. Solubility, salivary sorption and degree of conversion of dimethacrylate-based polymeric matrixes. *Journal of Biomedical Material Research. Part B, Applied Materials*, 2008; 85(2):320-325.

21. Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Contraction stress related to composite inorganic content. *Dental Materials*, 2010; 26: 704-709.
22. Ilie N, Jelen E, Clementino-Luedemann T, Hickel R. Low-shrinkage composite for dental application. *Dental Materials Journal*, 2007; 26(2):149-155.
23. Ilie N & Hickel R. Silorane-based dental composite: behavior and abilities. *Dental Materials Journal*, 2006; 25(3): 445-454.
24. Ilie N & Hickel R. Macro-, micro- and nano-mechanical investigations on silorane and metacrylate-based composites. *Dental Materials*, 2009; 25: 810-819.
25. Ilie N, Kunzelmann KH, Hickel R. Evaluation of micro-tensile bond strengths of composite materials in comparison to their polymerization shrinkage. *Dental Materials*, 2006; 22(7): 593-601.
26. Kopperud HM, Schmidt M, Kleven IS. Elution of substances from a silorane-based dental composite. *European Journal of Oral Sciences*, 2010; 118:100-102.
27. Lien W & Vandewalle KS. Physical properties of a new silorane-based restorative system. *Dental Materials*, 2009; doi:10.1016/j.dental.2009.12.004.
28. Maurin JC, Lagneau C, Durand M, Lissac M, Seux D. Tensile and shear bond strength evaluation of a total-etch three-step and two self-etching one-step dentin bonding systems. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 2006; 8(1):27-30.
29. Mozsner N, Völkel T, Fischer U. Volker polymerization of cyclic monomers, 8. Synthesis and radical polymerization of hybrid 2-vinylcyclopropanes Rheinberger. *Macromol Rapid Commun* 1999; 20:33-5.
30. Navarra CO, Cadenaro M, Armstrong SR, Jessop J, Antonioli F, Sergio V, Di Leonarda R, Breschi L. Degree of conversion of Filtek Silorane Adhesive System and Clearfil SE Bond within the hybrid and adhesive layer: An *in situ* analysis. *Dental Materials*, 2009; 25:1178-1185.
31. O'Sullivan BP, Johnson PF, Blosser RL, Rupp NW, Li SH. Bond strength of a luting composite to dentin with different bonding systems. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 1987; 58(2):171-175.

32. Palin WM, Fleming GJP, Burke FJT, Marquis PM, Randall RC. The influence of short and medium term water immersion on the hydrolytic stability of novel low-shrink dental composites. *Dental Materials*, 2005; 21: 852-863.
33. Pashley DH, Sano H, Ciucchi B, Yoshiyama M, Carvalho RM. Adhesion testing of dentin bonding agents: a review. *Dental Materials*, 1995; 11(2): 117-25.
34. Perdigão J. Dentin bonding as a function of dentin structure. *The Dental Clinics of North America*, 2002; 46: 277-301.
35. Poitevin A, De Munck J, Van Landuyt K, Coutinho E, Peumans M, Lmbrechts P, Van Meerbeek B. Influence of three specimen fixation modes on the micro-tensile bond strength of adhesives to dentin. *Dental Materials Journal*, 2007; 26(5):694-9.
36. Ruyter IE. The chemistry of adhesive agents. *Operative Dentistry*, 1992; Sup 5:32-43.
37. Salz U, Zimmermann J, Zeuner F, Moszner N. Hydrolytic Stability of self-etching adhesive systems. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 2005; 7(2):107-116.
38. Salz U, Bock T. Testing adhesion of direct restoratives to dental hard tissue – a review. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 2010; 12(5): 343-71.
39. Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, Pashley DH. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile test. *Dental Materials*, 1994; 10(4): 236-40.
40. Santini A & Miletic V. Comparison of the hybrid layer formed by Silorane adhesive, one-step self-etch and etch and rinse systems using confocal micro-Raman spectroscopy and SEM. *Journal of Dentistry*, 2008; 36: 683-691.
41. Shawkat ES, Shortall AC, Addison O, Palin WM. Oxygen inhibition and incremental layer bond strengths of resin composites. *Dental Materials*, 2009; doi:10.1016/j.dental.2009.06.003.
42. Standford JW, Sabri Z, Jose S. A comparison of the effectiveness of dentine bonding agents. *International Dental Journal*, 1985; 35(2): 139-144. self-etching Primers/Adhesives. *Operative Dentistry*, 2005; 30(1): 63-68.

43. Sensi LG, Lopes GC, Monteiro S Jr, Baratieri LN, Vieira LCC. Dentin Bond Strength of self-etching primers/adhesives. *Operative Dentistry*, 2005; 30(1):63-68.
44. Silva e Souza Jr MH, Carneiro KGK, Lobato MF, Silva e souza PAR, Góes MF. Adhesive systems: importante aspects related to their composition and clinical use. *Journal of Applied Oral Science*, 2010: 18(3):207-214.
45. Tyas MJ, Burrow MF. Adhesive restorative materials: A review. *Australian Dental Journal*, 2004; 49(3): 112-121.
46. Vanherle G, Verschueren M, Lambrechts P, Braem M. Clinical investigation of dental adhesive systems. Part I: An *In Vivo* Study. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, 1986; 55(2): 157-163.
47. Van Landuyt KL, Mine A, De Munck, Jaecques S, Peumans M, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Are one-step adhesives easier to use and better performing? Multifatorial assessment of contemporary one-step self-etching adhesives. *The Journal of Adhesive Dentistry*, 2009; 175-190.
48. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. *Dental Materials*, 2005; 21: 68-74.

9. Anexo:



**COMITÊ DE ÉTICA EM
PESQUISA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE
PIRACICABA
UNIVERSIDADE ESTADUAL DE
CAMPINAS**



CERTIFICADO

O Comitê de Ética em Pesquisa da FOP-UNICAMP certifica que o projeto de pesquisa "**Avaliação da resistência de união e grau de conversão utilizando compósito a base de silorano em associação a sistemas adesivos autocondicionantes e convencionais**", protocolo nº 130/2009, dos pesquisadores Priscila Camondy Bertaglia e Luis Roberto Marcondes Martins, satisfaz as exigências do Conselho Nacional de Saúde - Ministério da Saúde para as pesquisas em seres humanos e foi aprovado por este comitê em 22/02/2011.

The Ethics Committee in Research of the School of Dentistry of Piracicaba - State University of Campinas, certify that the project "**Evaluating the bond strength and conversion degree using the silorane composite in association with self-etch and convention adhesive system**", register number 130/2009, of Priscila Camondy Bertaglia and Luis Roberto Marcondes Martins, comply with the recommendations of the National Health Council - Ministry of Health of Brazil for research in human subjects and therefore was approved by this committee at 02/22/2011.

Profa. Dra. Lívia Maria Andaló Tenuta
Secretária
CEP/FOP/UNICAMP

Prof. Dr. Jacks Jorge Junior
Coordenador
CEP/FOP/UNICAMP

Nota: O título do protocolo aparece como fornecido pelos pesquisadores, sem qualquer edição.
Notice: The title of the project appears as provided by the authors, without editing.