



DIOGO DE AZEVÊDO MIRANDA

**“EFFECT OF LIGHT CURING TIP DISTANCE AND IMMERSION MEDIA ON
THE DEGREE OF CONVERSION, SORPTION AND SOLUBILITY OF
METHACYLATE AND SILOXANE-BASED COMPOSITES”**

***“EFEITO DA DISTÂNCIA DE FOTOATIVAÇÃO E MEIOS DE IMERSÃO
SOBRE O GRAU DE CONVERSÃO, SORÇÃO E SOLUBILIDADE DE
COMPÓSITOS À BASE DE METACRILATO E SILOXANO”***

PIRACICABA-SP

2013



UNICAMP

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

DIOGO DE AZEVÊDO MIRANDA

**“EFFECT OF LIGHT CURING TIP DISTANCE AND IMMERSION MEDIA ON THE
DEGREE OF CONVERSION, SORPTION AND SOLUBILITY OF METHACRYLATE AND
SIORANE-BASED COMPOSITES”**

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Lovadino

***“EFEITO DA DISTÂNCIA DE FOTOATIVAÇÃO E MEIOS DE IMERSÃO SOBRE O
GRAU DE CONVERSÃO, SORÇÃO E SOLUBILIDADE DE COMPÓSITOS À BASE DE
METACRILATO E SIORANO”***

Tese de Doutorado apresentada ao programa de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade Estadual de Campinas para obtenção do título de Doutor em Clínica Odontológica, área de concentração em Dentística

Doctorate thesis presented to the Clinical Dentistry Postgraduation Programme of the Piracicaba Dental School of the University of Campinas to obtain the Ph.D grade in Dental Clinic in the Operative Dentistry area

ESTE EXEMPLAR CORRESPONDE A
VERSÃO FINAL DA TESE
DEFENDIDA PELO ALUNO E
ORIENTADA PELO PROF. DR. JOSÉ
ROBERTO LOVADINO

Assinatura do Orientador

PIRACICABA-SP

2013

**FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA POR
HELOISA MARIA CECCOTTI – CRB-8/6403
BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA**

M672e Miranda, Diogo de Azevêdo, 1986-
Efeito da distância de fotoativação e meios de imersão sobre o grau de conversão, sorção e solubilidade de compósitos à base de metacrilato e silorano / Diogo de Azevêdo Miranda. – Piracicaba, SP: [s.n.], 2013.

Orientador: José Roberto Lovadino.
Tese (doutorado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.

1. Resinas compostas. 2. Propriedades físicas. 3. Fotopolimerização. 4. Anti-sépticos bucais. I. Lovadino, José Roberto. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título.

Informações para a Biblioteca Digital

Título em Inglês: Effect of light curing tip distance and immersion media on the degree of conversion, sorption and solubility of methacrylate and silorane-based composites

Palavras-chave em Inglês:

Composite resins
Physical properties
Photopolymerization
Mouthwashes

Área de Concentração: Dentística

Titulação: Doutor em Clínica Odontológica

Banca Examinadora:

José Roberto Lovadino [Orientador]
Bruno Salles Sotto-Maior
Milene de Oliveira
Débora Alves Nunes Leite Lima
Flávio Henrique Baggio Aguiar

Data da Defesa: 17-01-2013

Programa de Pós-Graduação: Clínica Odontológica



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
Faculdade de Odontologia de Piracicaba



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Tese de Doutorado, em sessão pública realizada em 17 de Janeiro de 2013, considerou o candidato DIOGO DE AZEVÊDO MIRANDA aprovado.

Prof. Dr. JOSÉ ROBERTO LOVADINO

Prof. Dr. BRUNO SALLES SOTTO MAIOR

Profa. Dra. MILENE DE OLIVEIRA

Prof. Dr. FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR

Profa. Dra. DEBORA ALVES NUNES LEITE LIMA

DEDICATÓRIA

A **DEUS**, por iluminar meu caminho diante de todas as decisões da minha vida. Obrigado por me proporcionar tantos momentos de felicidade e me fortalecer diante das dificuldades, com as quais cresci e amadureci. Foram muitas graças recebidas e uma proteção constante. Obrigado por todas as oportunidades e pelas pessoas que cruzaram minha vida e que, de certa forma, encheram minha caminhada de alegria e entusiasmo. Sem que percebesse, trilhei caminhos melhores que os planejados!

Aos meus pais, **MAURÍCIO E MARIA HELENA**, sinônimos de amor incondicional. Obrigado pela força, carinho, incentivo, respeito e pelas orações constantes. A todo instante estávamos ligados em pensamento e vocês vibraram com cada conquista que fui conseguindo nessa caminhada. Obrigado por terem convivido com a saudade, pelos esforços e pelo incentivo para que eu não desanimasse desse sonho. Iluminaram os caminhos obscuros com afeto e dedicação para que eu pudesse trilhar sem medo e cheio de esperança. Obrigado pela educação investida durante esses anos, pelos exemplos de honestidade, humildade e fortaleza. Sei que, mais feliz do que eu estão vocês imensamente orgulhosos da conclusão deste Doutorado! Acho que a melhor maneira de retribuir tudo que me vocês me proporcionaram é continuar a dedicar meu amor, minha admiração e meu respeito! Não bastaria dizer, que não tenho palavras para

agradecer tudo isso. Mas é o que me acontece agora, quando procuro arduamente uma forma verbal de exprimir uma emoção ímpar. Uma emoção que jamais seria traduzida por palavras. Amo vocês! Eternamente grato por tudo...

Aos meus irmãos, **BRUNO E DAVID**, que estiveram distantes, mas estavam sempre torcendo pelo meu sucesso. Somos unidos por um carinho e respeito mútuo. Obrigado pelo zelo, cuidado, afeto e pela alegria que sempre me confortavam!

Ao **THIAGO LINO**, por ter sido um dos meus maiores incentivadores. Acreditou mais na minha capacidade do que eu mesmo. De forma inexplicável, participou imensamente das minhas conquistas e se orgulhou de cada vitória. Obrigado pelas palavras de carinho e por me fortalecer diante das minhas fraquezas. Obrigado pelo companheirismo, conforto, paciência e presença constante na minha vida.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

“A vida é mesmo um não-saber absoluto e imenso, como uma folha em branco. Mas, eu prefiro imaginá-la como um grande tapete vermelho estendido a minha frente, me oferecendo possibilidades, me convidando a fazer história, me dando rumo, prumo e jeito. Eu sinto como se a cada passo, algo extraordinário estivesse prestes a acontecer. Sempre prestes. E está.”

Ao meu orientador, Prof. Dr. **JOSÉ ROBERTO LOVADINO**, pelo incentivo, confiança e liberdade às quais permitiram meu desenvolvimento pessoal e científico. Carinhosamente entendeu minhas dificuldades e as transformou em estímulo. Obrigado pelos momentos e experiências que partilhamos, incentivando-me a seguir em frente rumo ao objetivo traçado. Obrigado pelo prazer de ter convivido com o senhor e pela oportunidade de aprender com sua sabedoria e experiência. Jamais me esquecerei dos conselhos, do brilho no olhar, do carinho e do sorriso enorme que sempre me confortavam.

Ao Prof. Dr. **FLÁVIO HENRIQUE BAGGIO AGUIAR**, que, carinhosamente, me acolheu como pós-graduando. Por intermédio e pela confiança que o Prof. Lovadino tem no senhor, nossa convivência foi mais do que uma experiência científica. Aprendi muito! Tenho certeza que dentro de mim, aqui e para sempre, vai um reflexo seu, que ganhará vida nas mais diversas situações que estão por vir. Guardarei sempre as lembranças de suas lições, suas atitudes e dos seus questionamentos. Nunca me esquecerei do seu exemplo discreto e da postura

ética. Você soube confiar em mim quando ainda não sabia meu verdadeiro valor e se orgulhou do meu crescimento. Foi, grandiosamente, sábio quando absorveu minha insegurança e a transformou em estímulo. Não foi somente professor, mas também amigo, cujas ações, tenho certeza, ficarão guardadas eternamente na minha lembrança. Por tudo que me auxiliou a descobrir e, com a crença de que pouco de esforço e dedicação alunos são transformados em grandes profissionais... Muito Obrigado!

A Profa. Dra. **DÉBORA ALVES NUNES LEITE LIMA**, por me incentivar frequentemente. Desde nosso primeiro contato, foi imensamente educada, acolhedora e participativa. Talvez, a maior incentivadora para a conclusão deste curso. Durante o doutoramento, abriu portas, janelas... caminhos e oportunidades. Vibrou com cada vitória e se orgulhava das minhas conquistas! Obrigado pelo respeito, incentivo, orgulho, conselhos e conhecimento durante toda essa etapa! Por tudo que convivemos, meu muito obrigado! Ôxe, minha filha!

Ao Prof. Dr. **LUIS ALEXANDRE MAFFEI SARTINI PAULILLO**, pela descontração, cobranças e incentivo. Obrigado pela convivência e por ter intermediado por mim quando mais precisei.

*“Pois seja o que vier, venha o que vier
Qualquer dia, amigo, eu volto
A te encontrar
Qualquer dia, amigo, a gente vai se encontrar”*
[Milton Nascimento]

Aos meus amigos de Juiz de Fora, que jamais saíram dos meus pensamentos e, foram e são responsáveis pelos momentos de maior alegria em minha vida. Construimos “amizades que não se forçaram... não se compraram... simplesmente aconteceram”. Jamais vou conseguir retribuir o **RESPEITO E A FORÇA** que recebi de cada um de vocês para não desistir desta etapa... Vocês acreditaram na minha capacidade e sempre estavam preocupados com minha caminhada. Cada momento, cada retorno a JF, foi essencial rever e estar com cada um de vocês. E, quando decidi retornar a Juiz de Fora, fui, carinhosamente, recebido e amparado por cada um de vocês! Amo vocês pela simplicidade, pelos sorrisos, pela convivência, pela cumplicidade, pela felicidade e tranquilidade que sinto quando estou perto de cada um de vocês.

Eternamente presentes na minha vida: **BIA, PRISCILA, FERNANDA, MARIA JÚLIA, CRISTINA, ANSELMO, PHILLIPE, CIDA, MAÍRA, ELIAS, WILTON.**

"Eu não sou legal, não mesmo. Acho que sempre tenho razão e quando minhas previsões dão certo olho com a cara mais abominável do mundo, dou um sorriso irônico e falo o clássico eu-te-avisei. É que, em geral, eu tenho razão. Essa é a primeira – e mais importante – coisa que você precisa aprender a meu respeito. (...) Não sei receber elogios, fico sem saber o que fazer, me atrapalho e acabo trocando de assunto – quando não troco as pernas e tropeço em algum canto de mim. Sorrio para disfarçar desconfortos. Se eu não gosto de você é bem provável que você tenha medo do meu olhar. E eu posso simplesmente não gostar de você de graça. Se eu gostar de você aviso de antemão que você é uma pessoa de sorte. Eu me entrego. Quem vive comigo sabe. Quem convive comigo sente. Eu amo poucos. Mas esses poucos, pode apostar, amo muito."

[Clarissa Corrêa]

A **CINTIA PIMENTA**, sinônimo de superação! Tenho total convicção que vejo nela os maiores exemplos de dedicação, de pessoa, de mãe, de pesquisadora e de amiga. Acolheu-me; cuidou como se fosse seu filho e esteve sempre por perto nas minhas maiores dificuldades. Sempre tinha o conselho certo, a palavra correta e a maior paciência do mundo. Já sinto saudades! Te amo!

A **LUCINHA**, por ser a responsável por todo meu convívio em Piracicaba. Obrigado pela amizade, diversão, preocupação e carinho que sempre me confortavam! Sei que posso contar com você sempre!

A **NÚBIA PINI**, minha “pupila”. Obrigado pelo respeito, pela amizade e pela força! Sempre vou lembrar-me das nossas conversas, da troca de olhares e dos abraços mais carinhosos! Torço muito pelo seu sucesso!

Ao **ERICK COPPINI**, pela prazerosa convivência e por ter o coração mais livre de maldade que já conheci nesse mundo! Obrigado pela amizade e pelo companheirismo!

A **GIU**, que me fez acreditar que ainda existem pessoas boas neste mundo. Mesmo distante nesta etapa do doutorado, jamais deixou de mandar notícias e carinho! E não há distância nenhuma que diminua nossa cumplicidade!

À **MARINA**, por todo seu cuidado. Obrigado pelos abraços e sorrisos calorosos que me confortavam sempre. Obrigado pelas palavras de carinho e determinação e por me fazer entender que a vida é pra ser vivida com alegria!

Ao **ANDERSON** pela paciência e disponibilidade. Obrigado pela colaboração neste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba da Universidade de Campinas, na pessoa de seu diretor, Prof. Dr. Jacks Jorge Júnior.

À Coordenadora Geral da Pós-Graduação da FOP/UNICAMP, Prof. Dra. Renata Cunha Matheus Rodrigues Garcia.

Ao Coordenador do curso de Pós-Graduação em Clínica Odontológica da FOP/UNICAMP, Prof. Dr. Márcio de Moraes.

Às secretárias da Coordenadoria de Pós-Graduação da FOP/UNICAMP, Érica Alessandra Pinho Sinhoreti, Roberta Morales e Ana Paula Carone, por todo empenho e atenção dispensada.

A Prof. Dra. Gláucia Maria Bovi Ambrosano, por mais uma vez ter participado deste trabalho com sua valiosa contribuição através da análise estatística.

Aos professores da Área de Dentística, Prof. Dr. José Roberto Lovadino, Prof. Dr. Flávio Henrique Baggio Aguiar, Prof. Dra. Gisele Maria Marchi, Prof. Dr. Luis Roberto Marcondes Martins, Prof. Dr. Luis Alexandre Maffei Paulillo, Prof. Dr. Marcelo Giannini e Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima, pela convivência e por todo conhecimento transmitido.

Aos professores Prof. Dr. Mario Alexandre Coelho Sinhoreti, Prof. Dra. Giselle Maria Marchi Baron e Prof. Dra. Débora Alves Nunes Leite Lima pelas correções, contribuições e sugestões durante o exame de qualificação.

Aos amigos de curso de pós-graduação - Carlos Eduardo, Lúcia, Larissa, Natália, Livia, Milena, Maria Beatriz e Priscila, pelo incentivo, companheirismo, amizade e bom convívio.

Aos demais colegas de Pós-Graduação – Adriano, Anderson, Marina, Thaiane, Cíntia, Bruno, Gisele, Maria, Giulliana, Núbia, Juliana, Dayane, Erick, Henrique, Maria do Carmo, Ana Paula, Carolina e Allan - por todo convívio durante a pós graduação.

A secretária da Área de Dentística, Mônica Barnabé, sempre disposta a me ajudar e atender meus pedidos. Obrigado pela amizade, confiança, carinho, respeito e paciência. Sei que posso contar com você por toda vida!

Aos colegas Bruno Sotto-Maior, Milene de Oliveira, Janice Simpson e Maria Augusta Portela pela amizade, companheirismo e apoio durante a pós-graduação.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior – CAPES, pela concessão de Bolsa de Estudos.

Aos proprietários e funcionários da Odontoclinic, Orthus e Unidente por toda confiança e oportunidade! Literalmente, foi uma grande lição de vida!

A todos que de alguma forma contribuíram para a realização deste trabalho.

*“Mas é preciso ter manha
É preciso ter graça
É preciso ter sonho sempre
Quem traz na pele essa marca
Possui a estranha mania
De ter fé na vida...”
[Milton Nascimento]*

O presente trabalho é apresentado no formato alternativo de dissertação de acordo com as normas estabelecidas pela deliberação 002/06 da Comissão Central de Pós-Graduação da Universidade Estadual de Campinas. O artigo referente ao Capítulo único será submetido ao Periódico *The European Journal of Esthetic Dentistry*.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi avaliar o efeito de três distâncias de fotoativação (0mm, 3mm e 6mm) e quatro meios de imersão (saliva artificial - AS, Plax FreshMint - PFM, Plax Sem álcool - PAF e Plax Whitening - PW) sobre a sorção e solubilidade de compósitos à base de metacrilato (Filtek Z350) e silorano (Filtek P90). Os espécimes foram confeccionados a partir de uma matriz de teflon de 6mm de diâmetro por 1mm de profundidade, onde o compósito foi inserido em incremento único e fotoativado por 20 segundos. Para controlar as distâncias de fotoativação, foi utilizado um dispositivo acoplado a um paquímetro digital. Para o teste de grau de conversão (GC) foram confeccionadas 30 amostras (n=5), de acordo com o tipo de resina e a distância de fotoativação. A leitura dos espectros foi realizada por um espectrômetro de raios infravermelhos transformado de Fourier (FTIR). Para os testes de sorção e solubilidade foram confeccionados 120 espécimes (n=5), de acordo com as variáveis compósitos, distâncias de fotoativação e meios de imersão. As amostras foram armazenadas em um dissecador com sílica em gel até a obtenção de uma massa inicial estável (m_1). Após estabilização da massa inicial, o diâmetro e a espessura foram aferidos em quatro pontos equidistantes utilizando paquímetro digital. Durante 30 dias, as amostras foram imersas duas vezes ao dia, durante dois minutos nos diferentes enxaguatórios e, entre cada ciclo de imersão (12 horas de intervalo), permaneciam em saliva artificial. O grupo controle permaneceu em saliva artificial durante todo período. Por fim as amostras foram retiradas das soluções e pesadas novamente numa balança de precisão para obtenção da nova massa (m_2) e, em seguida, colocadas no dessecador até a obtenção de uma massa final estável (m_3). Os dados de GC% foram analisados por meio de análise de variância (ANOVA) em esquema de parcelas subdivididas e as comparações múltiplas foram feitas pelo teste de Tukey, considerando o nível de significância de 5%. Os resultados mostraram que não houve diferença estatística no GC% entre as superfícies

testadas (topo e base); entretanto, quando a fotoativação foi realizada a 6 mm de distância, tanto a superfície base quanto a de topo, apresentou menores valores de GC, independente do tipo de compósito. Para sorção, os dados foram analisados por ANOVA *two way* e teste de Tukey, considerando o nível de significância de 5%. O compósito à base de metacrilato apresentou maiores taxas de sorção que o compósito à base de silorano; a saliva não influenciou a sorção, independente da distância e do compósito. O PW demonstrou alterar significativamente a sorção, independente do tipo de compósito. Os dados de solubilidade foram analisados pelos testes não paramétricos de Kruskal Wallis e Dunn, com nível de significância de 5%. Para todas as distâncias e soluções, os valores obtidos foram negativos.

PALAVRAS-CHAVE: compósitos, grau de conversão, sorção, solubilidade, enxaguatórios

ABSTRACT

The main purpose of this study was to evaluate the effect of three light curing tip distances (0mm, 3mm and 6mm) and four immersion media (artificial saliva - AS, Plax FreshMint - PFM, Plax Sem álcool - PAF and Plax Whitening - PW) on sorption and solubility of metacrilate-based (Filtek Z250) and silorane-based (Filtek P90) composites. The specimens were made from a Teflon mold of 6mm of diameter by 1mm deep, where the composite was inserted in single increment and light-cured for 20 seconds. To control the photoactivation distances, it was used a device coupled to a digital pachymeter. For the Degree of Conversion test (DC%) were prepared 30 samples (n=5), according to the type of resin and the distance of photoactivation. The reading of the spectrums was performed by a ray spectrometer, Fourier transform infrared (FTIR). For sorption and solubility tests were prepared 120 specimens (n=5), according to the variable of the composites, distances of photoactivation and immersion media. The samples were stored in a desiccator with silica gel to obtain a stable initial mass (m_1). After stabilization of the initial mass, diameter and thickness were measured at four equidistant points using a digital pachymeter. During 30 days the samples were immersed twice daily for two minutes in the different mouthrinses between each emersion cycle (12 hour interval) remained immersed in artificial saliva. The control group remained in artificial saliva during the entire period. Finally the samples were removed from the solution and re weighed on a precision scale to obtain the new mass (m_2) and then placed in a desiccator to obtain a final stable mass (m_3). DC% data were analyzed by analysis of variance (ANOVA) in subdivided plots and multiple comparisons were made by Tukey test, considering a significance level of 5%. The results did not show any statistical difference between the DC tested surfaces (top and base), however, when the polymerization was performed at 6 mm of distance, both the surface base and the top, presented lower DC% values regardless of the composite type. For sorption, data were analyzed by

two-way ANOVA and Tukey test, considering a significance level of 5%. The methacrylate-based composite had higher rates of sorption than the silorane-based; saliva did not influence the sorption, regardless of distance and the composite. PW demonstrated significant change in the sorption, regardless of the type of composite. The solubility data were analyzed by the nonparametric tests of Kruskal Wallis and Dunn, with a significance level of 5%. For all distances and solutions, the values were negative..

KEYWORDS: composites, degree of conversion, sorption, solubility, mouthrinses

SUMÁRIO

INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 1	
<i>Effect of light curing tip distance and immersion media on the degree of conversion, sorption and solubility of methacrylate and silorane-based composites</i>	8
CONCLUSÃO.....	32
REFERÊNCIAS.....	33

INTRODUÇÃO

Notadamente, os compósitos restauradores representam a grande revolução no desenvolvimento de materiais odontológicos dos últimos anos, constituindo-se materiais de aplicação universal e versátil (*Thomé et al., 2007*), podendo ser indicados tanto para dentes anteriores e posteriores (*Mitra et al., 2003*), principalmente pelas melhorias nas propriedades mecânicas, qualidade estética e capacidade de adesão as estruturas dentárias (*Toledano et al., 2003*).

Convencionalmente, os compósitos dentais à base de metacrilato são constituídos por uma matriz orgânica, carga inorgânica e por um agente de ligação (silano), que une a partícula e a matriz (*Polydorou et al., 2007*). A matriz orgânica contém um ou mais monômeros de base, diluente co-monômeros, fotoiniciadores, co-iniciadores e inibidores de polimerização (*Gonçalves et al., 2007, Polydorou et al., 2007*). As partículas de carga fazem parte da matriz polimérica e são importantes na determinação do desempenho físico-mecânico do compósito (*Lopes et al., 2009*).

O Bis-GMA (Bisfenol A-glicidil metacrilato) é o monômero mais utilizado em compósitos dentários, no entanto, devido ao seu elevado peso molecular, alta viscosidade e baixa mobilidade, outros monômeros com viscosidade mais baixa e/ou com uma maior mobilidade, como TEGDMA (Trietilenoglicol dimetacrilato) e UDMA (Uretano dimetacrilato), foram inseridos para melhorar a qualidade de manipulação do material, além de aumentar o grau de conversão (GC) durante a reação de polimerização (*Filho et al., 2008*). O grau de conversão pode ser definido como a porcentagem de duplas ligações de carbono (C=C) que são convertidas em ligações simples para formar a cadeia polimérica, durante a reação de polimerização (*Ferracane, 1985*). Essa quebra das duplas ligações de carbono é proporcionada por um espectro de luz em torno de 468nm, que

sensibiliza as moléculas de canforoquinona e, em seguida, reagem com uma amina terciária, gerando radicais livres (Palin *et al.*, 2003), que vão reagir com os monômeros da matriz orgânica, desencadeando, dessa maneira, a reação de polimerização.

Embora seja um dos materiais restauradores mais utilizados pelos cirurgiões dentistas, o compósito ainda apresenta algumas desvantagens, entre elas a contração que ocorre durante o seu processo de polimerização, causando tensões na interface dente/restauração (Braga *et al.*, 2004). No intuito de atenuar a geração de tensões durante o processo de polimerização, diferentes abordagens de fotoativação (Cunha *et al.*, 2008; Alonso *et al.*, 2007) têm sido propostas, além de diferentes formas de inserção de incrementos de resina e até mesmo a colocação de uma camada intermediária de ionômero de vidro ou de resina composta fluida (Xie *et al.*, 2008).

Outra forma de minimizar os efeitos gerados pela tensão de polimerização seria a utilização de materiais com baixa contração de polimerização. O compósito a base de silorano apresenta uma composição da matriz orgânica bem diferente dos compósitos à base de metacrilato (Roeters *et al.*, 2009). As cadeias químicas que compõe sua matriz orgânica são as siloxanas e oxiranas, e o mecanismo de polimerização se dá através da abertura do anel catiônico, diferentemente da formação de radicais livres (Ilie & Hickel, 2006) que ocorre nos compósitos à base de metacrilato. Essas moléculas presentes na composição deste compósito demandam maior tempo de fotopolimerização para formar os cátions e iniciar a reação de polimerização (Van Ende *et al.*, 2010; Bouillaguet *et al.*, 2006), no entanto, apresentam contração de polimerização menor que 1% (Weinmann *et al.*, 2005) e propriedades mecânicas compatíveis aos compósitos microhíbridos convencionais à base de metacrilato (Ilie & Hickel, 2006).

Independentemente da composição monomérica, o sucesso clínico das restaurações adesivas está intimamente relacionado ao seu grau de conversão

(Gonçalves *et al.*, 2008; Lopes *et al.*, 2009) e, este método de análise é a maneira mais comum de se avaliar a qualidade da polimerização. Contudo, o grau de conversão não fornece caracterização completa da rede polimérica formada, já que polímeros com mesmo nível de conversão de monômeros podem apresentar diferentes densidades de ligações cruzadas, devido a diferenças na linearidade das cadeias e, conseqüentemente, propriedades físicas diferentes (Asmussen & Peutzfeldt, 2001).

Por isso, a efetividade de polimerização também pode ser observada avaliando-se outras propriedades mecânicas do compósito (de Araújo *et al.*, 2008; Lindberg *et al.*, 2005; Moore *et al.*, 2008), as quais refletem em bom desempenho clínico e longevidade das restaurações mediante os desafios oferecidos pelo ambiente bucal (Lopes *et al.*, 2009). Nesse contexto, a qualidade de polimerização torna-se dependente não só dos fatores relacionados à fonte de luz, como também de fatores relacionados às características dos materiais (Yearn, 1985).

Os fatores relacionados à fonte de luz incluem o tipo e o espectro da luz utilizada (Corciolani *et al.*, 2008); os fatores externos que podem influenciar a qualidade de polimerização são o tempo de irradiação (Lindberg *et al.*, 2005; de Araújo *et al.*, 2008) a densidade de energia e distância existente entre a ponta do aparelho e a superfície do compósito (Abate *et al.*, 2001; Aguiar *et al.*, 2005a; Vanderwalle *et al.*, 2008; Asmussen, Peutzfeldt, 2003; Lindberg *et al.*, 2005; Corciolani *et al.*, 2008; Moon *et al.*, 2004; Thomé *et al.*, 2007; Rode *et al.*, 2007; Aravamudhan *et al.*, 2006; Price *et al.*, 2004).

Coincidentemente, a literatura é enfática em apresentar estudos que demonstram que muitos fatores podem afetar a quantidade de energia luminosa recebida no topo e na base da restauração de compósito (Aguiar *et al.*, 2005a). Dentre esses fatores, a distância entre a ponta da fonte de luz e a superfície do compósito tem mostrado interferir diretamente na intensidade de luz que alcança a superfície do material (Miranda *et al.*, 2013; Rode *et al.*, 2007), podendo ocorrer

uma polimerização não uniforme do topo em direção à base da restauração (Miranda *et al.*, 2013; Aguiar *et al.*, 2008). Desse modo, a superfície topo depende menos da intensidade de luz que a base (Aguiar *et al.*, 2005a), pois a energia que alcança a superfície irradiada parece ser suficiente para que ocorra adequada polimerização do compósito (Miranda *et al.*, 2013; Aguiar *et al.*, 2008).

Idealmente, a ponta do aparelho fotoativador deve ser posicionada o mais próximo possível da superfície do material (Thomé *et al.*, 2007; Aguiar *et al.*, 2005a), no entanto, isto é difícil de ser controlado clinicamente devido a profundidade da cavidade (Aguiar *et al.*, 2005a) e ao tipo de preparo (Rode *et al.*, 2007; Thomé *et al.*, 2007). Tem sido mostrado que a distância da ponta de cúspide até a parede gengival (principalmente em preparos do tipo Classe II) pode exceder 7mm, dependendo do dente (Price *et al.*, 2000) e , em tais situações, o material pode encontrar-se inadequadamente polimerizado devido à distância existente entre a ponta da fonte de luz e o primeiro incremento de resina composta (Aguiar *et al.*, 2005a; Aguiar *et al.*, 2008).

A fotoativação do compósito resinoso com reduzida intensidade de luz e, conseqüentemente, a inadequada polimerização do mesmo, pode causar o aumento da sorção de água e da solubilidade (Aravamudhan *et al.*, 2006; Ciccone-Nogueira *et al.*, 2007), uma vez que a rede polimérica pode encontrar-se com menor densidade de ligações cruzadas (da Silva *et al.*, 2008). Entretanto, polímeros com alta densidade de ligações cruzadas são mais resistentes às reações degradativas, devido aos menores espaços e caminhos disponíveis para que as moléculas do solvente se difundam no interior da estrutura da rede polimérica (Ferracane, 2006; Bagheri *et al.*, 2005).

Conceitualmente, quando um compósito é imerso em solvente, dois processos ocorrem: inicialmente, é a sorção de solvente que acarreta intumescimento e ganho de massa (Sideridou *et al.*, 2003); posteriormente, ocorre lixiviação de componentes não reagidos, podendo ocorrer perda de massa,

volume e redução das propriedades mecânicas (Sideridou *et al.*, 2008; Ferracane, 2006).

O mecanismo de sorção ocorre, principalmente, na matriz resinosa (Toledano *et al.*, 2003) após a penetração do solvente na rede polimérica através das porosidades e espaços intermoleculares (Ferracane, 2006). Entretanto, o mecanismo é auto-limitante, ou seja, à medida que o volume livre entre as cadeias se torna saturado pelo solvente, o fenômeno tende a diminuir (Malacarne *et al.*, 2006; Ferracane, 2006; Örtengren *et al.*, 2001). O solvente exerce um mecanismo de plastificação, difundindo-se no interior da rede polimérica, ocasionando a separação das cadeias poliméricas e criando uma expansão nesta rede (Ferracane, 2006; Sideridou & Archilias, 2005).

A sorção de solventes também é acompanhada pela perda de componentes, o que causa redução de volume (Ferracane, 2006, Sideridou *et al.*, 2003). Quando o material é imerso em água, alguns dos componentes, como monômeros não reagidos (Toledano *et al.*, 2003) são liberados, resultando na perda de massa, caracterizando o fenômeno de solubilidade. Além da liberação de monômeros não reagidos, pode ocorrer a liberação total ou parcial de partículas de carga (Toledano *et al.*, 2003).

Nesse contexto, a resistência do material aos desafios do ambiente bucal é essencial para a longevidade das restaurações adesivas. E, a taxa de sorção e solubilidade desses materiais podem ser influenciadas pela composição individual de cada material (Janda *et al.*, 2007), característica hidrofílica da matriz (Sideridou *et al.*, 2003), pelo grau de conversão (Sideridou *et al.*, 2003) e pelo tipo de solvente (Miranda *et al.*, 2013; Almeida *et al.*, 2010; Lopes *et al.*, 2009). Além disso, estudos relatam que a sorção e a solubilidade são dependentes do tempo de imersão (Lopes *et al.*, 2009) e do pH da solução (Miranda *et al.*, 2013; Örtengren *et al.*, 2001, Almeida *et al.*, 2010).

De acordo com a norma 4049/2009 da ISO, para que os compósitos sejam indicados como materiais restauradores devem apresentar sorção de água menor que $40 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ e solubilidade menor que $7,5 \mu\text{g}/\text{mm}^3$ num período de 7 dias de armazenamento. Por isso, além da água, outros solventes podem resultar em efeitos deletérios nas matrizes dos compósitos (Okada *et al.*, 2001; Gurdal *et al.*, 2002), uma vez que constituem fontes intermitentes ou contínuas de degradação química (Lopes *et al.*, 2009; Aguiar *et al.*, 2005b). Entretanto, poucos estudos analisaram o comportamento dos compósitos em relação à saliva artificial (da Silva *et al.*, 2008) e enxaguatórios bucais (Miranda *et al.*, 2013; Almeida *et al.*, 2010), principalmente utilizando ciclos alternados de imersão.

Na maioria das vezes, a formulação destes enxaguatórios contém água, agentes antimicrobianos, sais, conservantes e álcool em diferentes concentrações (Cavalcanti *et al.*, 2005). Porém os efeitos desses componentes na matriz polimérica dos compósitos resinosos ainda é alvo de bastante discussão (Almeida *et al.*, 2010). Particularmente, o álcool causa amolecimento da superfície do compósito (Aguiar *et al.*, 2007, Malacarne *et al.*, 2006; Benetti *et al.*, 2009, Lopes *et al.*, 2009; Aguiar *et al.*, 2005b) por meio da remoção de monômeros da estrutura de polímero formada, além de oligômeros e polímeros lineares (Asmussen, Peutzfeldt, 2001) ou, então, provoca abertura da estrutura do polímero, levando à diminuição da dureza e aumentando o desgaste do material (Aguiar *et al.*, 2005b; Benetti *et al.*, 2009).

Além do álcool como substância constituinte da maioria dos enxaguatórios (Gurdal *et al.*, 2002), tem surgido no mercado produtos contendo peróxido de hidrogênio em baixa concentração (1,5%). Quanto aos efeitos do peróxido de hidrogênio na matriz dos compósitos, sabe-se que soluções ácidas podem provocar alterações na composição orgânica e inorgânica dos materiais resinosos (De Alexandre *et al.*, 2006). O potencial oxidativo do peróxido de hidrogênio em contato com moléculas orgânicas poderia ser capaz de provocar danos às

ligações poliméricas tornando o compósito mais susceptível ao amolecimento e à degradação (Turker *et al.*, 2002; Lima *et al.*, 2008).

Além disso, alterações na fase inorgânica, como o deslocamento de partículas de carga, podem levar à diminuição das propriedades físicas do material (Lima *et al.*, 2008), como redução da dureza (de Alexandre *et al.*, 2006) e alterações nas taxas de sorção e solubilidade. Estas suposições foram recentemente concluídas em estudo de Miranda e colaboradores (2013) no qual foi sugerido que o peróxido de hidrogênio, mesmo em baixa concentração, foi capaz de alterar a rede polimérica de compósitos nanoparticulados, uma vez que polímeros com menor grau de conversão foram mais susceptíveis à sorção, quando imersos em enxaguatório contendo peróxido de hidrogênio.

Sendo assim, o objetivo desse estudo, *in vitro*, apresentado em formato alternativo e composto por capítulo único, foi avaliar o efeito de diferentes distâncias de fotoativação sobre o grau de conversão, sorção e solubilidade de compósitos resinosos à base de silorano e metacrilato, após imersão em enxaguatórios bucais de diferentes composições.

CAPITULO 1

EFFECT OF LIGHT CURING TIP DISTANCE AND IMMERSION MEDIA ON THE DEGREE OF CONVERSION, SORPTION AND SOLUBILITY OF METHACRYLATE AND SIORANE-BASED COMPOSITES

ABSTRACT

The purpose of this study in vitro was evaluate the degree of conversion (DC%), sorption (Sp) and solubility (SI) of a methacrylate composite (Filtek™ Z250) and silorane-based composite (Filtek™ P90) cured in three curing tip distances (0 mm, 3 mm and 6 mm) with LED of second generation and immersed in artificial saliva (AS), Plax FeshMint (PFM), Plax Alcohol-Free (PAF) and Plax Whitening (PW). The methodology was based on the ISO 4049/2009 standard and five repetitions (n=5) were made for each group. Specimens (6mm in diameter and 1mm thick) were prepared and initially the degree of conversion (DC%) of discs was obtained by using an FT-IR spectrometer. After, the specimens were placed in a desiccator at 37°C and to be weighed until a constant mass (m_1) was obtained. The discs were immersed separately into the 4 media for 30 days. Twice a day, for two minutes, the samples were immersed in 2 ml of three mouthrinses. A control group was maintained in artificial saliva. After the period the discs was reweighed (m_2). The reconditioning in the desiccator was done until a constant mass (m_3) was obtained. The dates of DC% were analyzed by analysis of variance (ANOVA) in split plots and methacrylate-based composite showed significant higher DC than silorane-based composite and there is no statistical difference in DC between top and bottom surfaces. The sorption data were submitted to three-way ANOVA and Tukey's Test at a 5% level of significance and the rate of sorption-based composite silorane (P90) was significantly lower than the methacrylate-based composite (Z250). Moreover, the artificial saliva did not affect the increase in rate of sorption

in any of the photoactivation distances. In 3 mm and 6 mm light distance, the mouthwash Plax Whitening caused the increase of sorption for the two composites. The solubility data were analyzed by Kruskal-Wallis's Test ($p=0,05$) and Dunn's Test, since a non-normal data distribution was observed. The values were negative, which means that there was mass gain. It may be concluded that the curing tip distance affects the degree of conversion and sorption only when cured to 6mm, however not influenced by the type of mouthwash. The solubility test demonstrated negative data, masking the real solubility.

KEY WORDS: Composite; Solubility; Sorption

INTRODUCTION

Today, resin-based composites are widely used as restorative material. Most of the available composites contain a polymeric matrix of dimethacrylate monomers, inorganic filler particles coated with a methyl methacrylate-functional silane coupling agent to bond the filler to the organic matrix, and a photoinitiator system to permit photoactivation by light units^{1,2}. Bis-GMA is the monomer most used in dental composites, however due to its high molecular weight, high viscosity, and low mobility others monomers with lower viscosity and/or higher mobility, as TEGDMA and UDMA, are used to increase the degree of conversion (DC) and crosslinking of the polymer resultant³. During the polymerization reaction, resin-based composites are transformed from a viscous to a rigid state by a free radical polymerization of the dimethacrylate monomers present in their polymeric matrixes. This reaction involves the rupture of the C=C aliphatic bonds, the reduction of intermolecular distances of 0.3–0.4 nm between polymer chains, maintained by Van der Waals attraction forces, and the establishment of primary C-C covalent bonds with lengths of about 0.15 nm^{4,5}.

Methacrylate restorative materials exhibit volumetric polymerization shrinkage⁵ and a significant proportion of unreacted monomer due the incomplete C=C bond conversion^{6,7}. Thus, the study of others physical properties together with

DC measurement are better to knowledge of the performance of dental materials.^{8,9} However, there are many factors that affect the amount of light energy received at the top and bottom surfaces of a resin composite restoration, resulting in ineffective polymerization. These include: the design and size of the light guide; distance of the light guide tip from the dental composite; power density; exposure duration; shade⁸ and opacity of the dental composite; increment thickness and material composition¹⁰⁻¹².

In the attempt to reduce these problems some techniques were proposed to decrease the shrinkage stress effects such as different incremental composite placement¹³, light-curing protocols¹⁴, and intermediate layer with hybrid glass ionomer and flowable composite¹⁵ and materials with a low shrinkage monomer¹⁶. The silorene-based composites showed molecules presents a siloxane core with four oxirane rings attached that open upon polymerization to bond to other monomers¹⁷. The oxirane ring opening causes a volumetric expansion that partially compensates the shrinkage resultant from molecular bonding. Literature data confirmed that a silorane-based commercial composite presented less than 1.0% of total volumetric shrinkage, compared to 2.0–3.5% for Bis-GMA-based composites^{17,18}, causing less tooth deflection¹³ and microleakage^{19,20}. Its mechanical properties are comparable to those of dimethacrylate-based materials^{21,22}.

In deep cavities the reduction of the light intensity reaches the material due the distance between guide tip and resinous material surface is one factor that cannot be controlled by dentist during the restorative procedure. Thus, the restoration weakening can occur by lower DC and/or formation of more linear polymers, presenting inferior physical properties, such as reduced hardness, increased sorption, solubility²³, and discoloration⁸. The increase of the curing time and proximity of the tip of the device, increase the irradiance and consequently the energy density available for the monomer conversion can improve the physical properties of resin-based materials^{7, 24}, and thus increase the long-term durability of adhesive restorations²⁵.

The DC is an important physical property that may have some impact on the restoration longevity, but this property alone is not enough to characterize the 3-dimensional dental composite structure, whereas different C=C bond concentrations coexist in the same polymer²⁶. The same DC% value may result in different linear polymer content, which is more susceptible of softening than a more cross-linked polymer^{6,27}.

Miranda et al²³ have investigated the sorption and solubility phenomena in nanofilled composites when immersed in mouthwashes contains alcohol, hydrogen peroxide and alcohol-free however due to changes in monomer composition becomes important to evaluate the effect of these solvents on matrices of microhybrid composites. The main purpose of this study was to evaluate the effect of light curing tip distance on the DC, sorption, and solubility of methacrylate and silorane-based composite resins after immersion in different solutions. The hypotheses tested were that: (1) there would be no difference between the materials and (2) the greatest distance from the tip distance of surface radiated decreases the physical properties tested. (3) there would a difference among solvents tested in the sorption and solubility.

METHODS AND MATERIALS

Two resins composites with different monomer compositions were analyzed: methacrylate-based composite (Filtek Z250, 3M ESPE, St Paul, MN, USA) and silorane-based composite (Filtek P90, 3M ESPE, St Paul, MN, USA). The composition of the composites is described in Table 1. Three mouth rinses were chosen: Plax Alcohol Free (Colgate-Palmolive), Plax Fresh Mint (Colgate-Palmolive) and Plax Whitening (Colgate-Palmolive). Artificial saliva (Proderma) was used as the control. The composition and characteristics of the solutions are described in Table 2.

Table 1: Type, manufacture and composition the composites analyzed in this study

COMPOSITE	MANUFACTURE	COMPOSITION*
Filtek Z250 shade A2	3M ESPE(St Paul, MN, USA)	Filler: 60 vol%, aluminum oxide, silica, and zirconium oxide (0.01-3.5 μm). Resin: bisphenol-A glycidyl dimethacrylate (Bis-GMA), ethoxylated bisphenol A dimetacrylate (Bis-EMA), and urethane dimethacrylate (UDMA).
Filtek P90 shade A2	3M ESPE(St Paul, MN, USA)	Filler: 55 vol%, silica, and yttrium trifluoride (0.04-1.7 μm). Resin: Bis-3,4-Epoxy cyclohexylethyl-Phenyl-Methylsilane and 3,4-Epoxy cyclohexylcyclopoly methylsiloxane.

*According to manufacturers.

Table 2: Solution, manufacture, pH and composition of the media immersions analyzed in this study.

SOLUTION	MANUFACTURE	pH	COMPOSITION*
Artificial Saliva (AS)	Proderma	6,9	KCl, NaCl, MgCl, CaCl, nipacin, carboxymethyl, cellulose, sorbitol and deionized water
Plax Fresh Mint (PFM)	Colgate-Palmolive	6,6	Water, Sorbitol, Alcohol, Glycerin, Sodium, Lauryl Sulfate, Sodium Methyl Cocoyl Taurate, PVM/MA Copolymer, Aroma, Disodium Phosphate, Sodium Fluoride, Sodium Hydroxide, Triclosan, Sodium Saccharin, Cl 47005, Cl 42090
Plax Alcohol Free (PAF)	Colgate-Palmolive	4,9	Water, Glycerin, Propylene Glycol, Sorbitol, PEG-40

			Hydrogenated Castor Oil, Sodium Benzoate, Aroma, Phosforic Acid, Sodium Fluoride, Cetylpyridinium Chloride, Sodium Saccharin.
Plax Whitening (PW)	Colgate-Palmolive	3,8	Water, Sorbitol, Ethylic Alcohol (8%), Hydrogen peroxide 1,5%, Polaxamere 338, Polissorbate 20, Methyl salicilate, Menthol, Sodium saccharine, CI 42090

*According to manufacturers.

To measure the pH, 20 mL of each substance was added to a beaker, and the pH was obtained with a glass pH electrode 1.5 cm in diameter (PROCYON model AS 720 (Procyon Instrumental Científica) and each value is described in Table 2.

Preparation of specimens

Cylindrical specimens were prepared in teflon ring molds (6.0 mm Ø and 1 mm height). A polyester strip was placed on a glass slab (Dentsply, Petrópolis, RJ, Brazil) and teflon matrix. After filling the mold to excess, the material surface was covered with another polyester strip and a glass slide, and compressed with a device (500 g) for 20 s to accommodate the composite better and remove the excess material. All the composite specimens were light activated with an LED set (Flash Lite 1401, Discus Dental) for 20 s. Three curing tip distances were used in this study: 0 mm, 3 mm and 6 mm (Fig 1). The polymerization was performed with the light tip positioned in a device at a distance from the top surface of the sample that was controlled by an electronic digital caliper (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, SP, Brazil). The optical power (mW) delivered by the device was measured with a power meter (Ophir Optonics, Har-Hotzvim, Jerusalem, Israel).

The tip diameter was measured with digital caliper (Mitutoyo Sul Americana, Suzano, SP, Brazil) to determine tip area (cm^2). Irradiance (mW/cm^2) was calculated dividing optical power by tip area. The irradiance in each group were cured was determined by the ratio between power and area of the tip of the device, expressed in mW/cm^2 (Fig 2). The measured values of irradiance and energy density are described in Table 3.

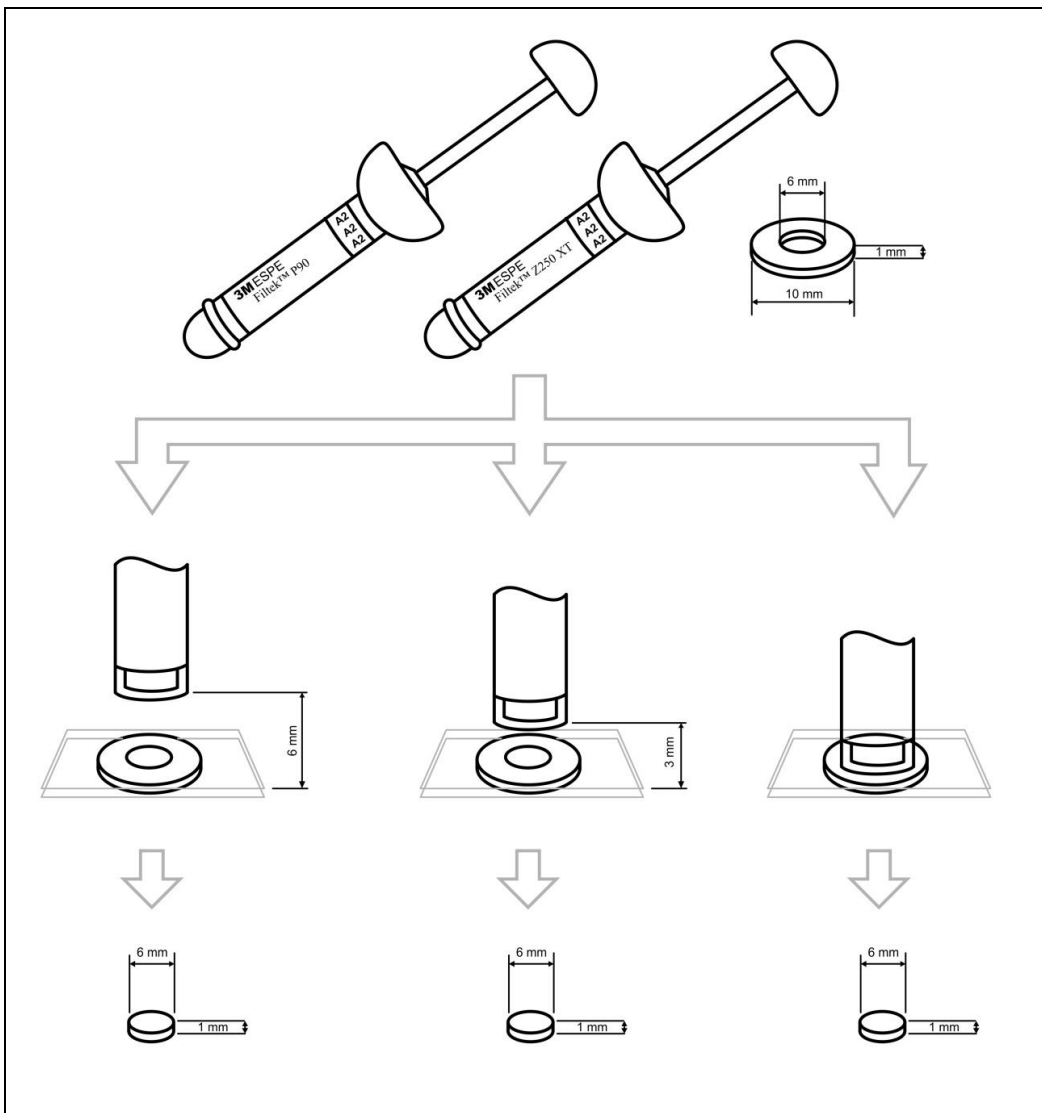


Fig 1. Preparation of specimens

Table 3: Power, irradiance and energy density of the LED Flash Lite 1401

TIP OF DISTANCE	POWER (mW)	AREA(cm ²)	IRRADIANCE (mW/cm ²)	ENERGY DENSITY (J)
0mm	310	0,5024	618	12,36
3mm	240	0,5024	478	9,56
6mm	160	0,5024	319	6,38

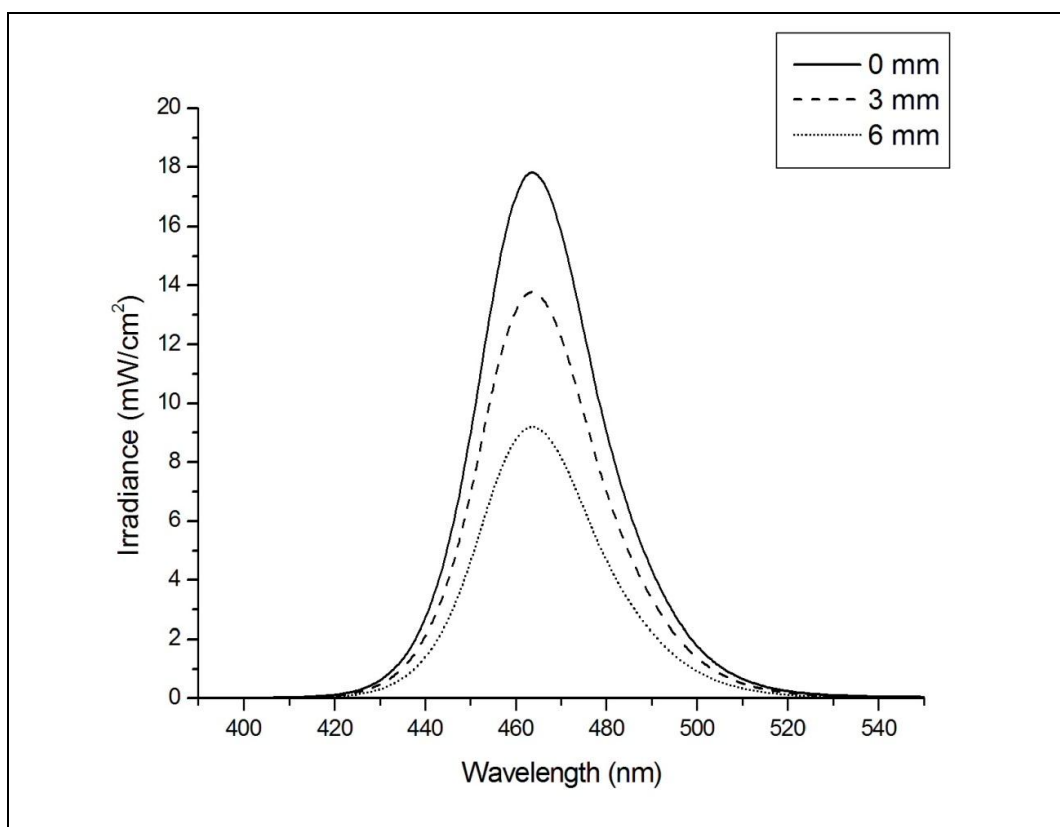


Fig 2. The irradiance for each distance of photoactivaton.

Degree of Conversion (DC%)

After polymerization, the specimens were removed from the matrices, dry stored in light proof containers at 37° C for 24 h, and polished with 1200-grit silicon carbide (SiC) grinding paper (CarbiMet 2 Abrasive Discs, Buehler, Lake Bluff, IL, USA). The degree of conversion assessments was recorded in the absorbance mode using a fourier transform infrared (FTIR) spectrometer model (Spectrum 100 FTIR/ UATR, Perkin Elmer) equipped with an attenuated total reflectance crystal (Fig 4a). Standard increments of each resin composite were compressed between two polyethylene strips and two glass slides to produce a thin film. Five specimens were prepared for each distance. Absorption spectra of the cured and uncured composites were obtained in the top and bottom surfaces with 16 scans at 4 cm⁻¹ resolution in the region between 1000-2000 and 600-2000 cm⁻¹ for methacrylate and silorane-based resins, respectively. To calculate the DC the ratio (R) between the peak heights of the C=C aliphatic (1638 cm⁻¹) and aromatic (1608 cm⁻¹) for methacrylate, and oxirane (C-O-C) - 770 cm⁻¹- and siloxane (C-H) - 1038 cm⁻¹- for silorane band absorptions for cured and uncured composite was used. The formula: DC (%) = [1 – (R polymer/R monomer)] x 100 was used to calculate the DC.

Sorption (Sp) and Solubility (SI)

The specimens were stored in desiccator at 37 °C containing silica gel and daily weighted in an analytical balance (Tel Marke, Bel Quimis, São Paulo, SP, Brazil) accurate to 0.001 mg, constituting a weighing cycle every 24 h. The complete cycle was repeated until a constant mass (m1) was obtained until that the mass loss of each specimen was not more than 0.1 mg per 24 h cycle. Thickness (4 measurements at four equally points on the circumference) and diameter (2 measurements at the right angles) of each specimen were measured using a digital electronic caliper. Mean values were used to calculate the volume (v) of each specimen (mm³). The discs were then individually placed in plastic vials and

immersed in 1 ml of artificial saliva at 37°C. Twice a day, the discs were immersed in 2 ml of each mouthrinse for two minutes (12 hr intervals) and agitation in orbital rotational table (MA 140 CFT, Marconi, Piracicaba). After immersion in the respective mouthrinses, the discs were immersed in artificial saliva. A control group was kept in artificial saliva at 37°C throughout the entire experiment. After 30 days, the discs were removed from the vials, washed in distilled water and weighed (m_2). The discs were then placed in a desiccator and weighed daily until the mass variation was less than ± 0.1 mg (m_3) (Fig 4b). The sorption (Sp) and solubility (Sl) were obtained using the following formulas:

$$Sl = (m_1 - m_3) / V \qquad Sp = (m_2 - m_3) / V$$

where m_1 is the conditioned mass prior to immersion in the solvent in μg ; m_2 is the mass of the specimen after immersion in the solvent in μg ; m_3 is the reconditioned mass in μg ; V is the volume of the specimen in mm^3 . The units used in the formula were ($\mu\text{g}/\text{mm}^3$).

STATISTICAL ANALYSIS

After exploratory data analysis was applied to analysis of variance (ANOVA) in a split plot design to degree of conversion and in factorial for sorption, multiple comparisons were performed by Tukey's test. The solubility data did not meet the assumptions of ANOVA and were analyzed by the non-parametric Kruskal Wallis and Dunn's test. In all analyzes was considered the significance level of 5%.

RESULTS

Degree of Conversion (DC%)

Table 4 shows the means and standard deviations of DC%. The ANOVA in the split plot showed an interaction between the surfaces and light curing tip distances ($P = 0.03$). The results showed that, regardless of the surface and the distance light activation, methacrylate showed significant higher DC than silorane-based composite. Furthermore, for two types of composites tested, there was only a difference in DC (top and bottom) when the samples were photoactivated for distance of 6mm. There was no statistical difference in DC between top and bottom surfaces.

Tabela 4. Means and standard deviations of the degree of conversion in top and bottom surfaces

Surface	Distance (mm)	Composite	
		Z250	P90
Bottom	0	58.88 (2.19) Aa	49.68 (2.61) Ba
	3	58.92 (3.08) Aa	49.83 (3.74) Ba
	6	55.70 (3.90) Ab	46.62 (3.00) Bb
Top	0	58.35 (1.64) Aa	51.11 (2.78) Ba
	3	58.93 (0.88) Aa	50.65 (4.78) Ba
	6	54.21 (1.42) Ab	47.96 (1.85) Bb

Means followed by distinct capital letters in the same row and distinct small letters in the same column are significantly different at $P < 0.05$.

Sorption

Table 5 shows the means and standard deviations of sorption. For the sorption was found statistical difference between the variables: resin, distance of photoactivation and mouthrinses ($p < 0,05$). The data showed that, regardless of the distance photoactivation and the immersion medium, the rate of sorption-based composite silorane (P90) was significantly lower than the methacrylate-based composite (Z250). Moreover, the artificial saliva did not affect the increase in rate of sorption in any of the photoactivation distances. In 3mm and 6mm light distance, the mouthwash Plax Whitening caused the increase of sorption for the two composites. For the composite Z250, the Plax Fresh Mint demonstrated the influence of sorption values only when the polymerization was carried out to 6mm; differently for composite P90, the same mouthwash already changed the rate of sorption when the polymerization was carried out to 3mm. When photoactivated to 6mm, all mouthwashes tested caused a significant increase in the rate of sorption both in the artificial saliva.

Table 5: Means and standard deviations of solvent sorption in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

Composite	Solution	Distance (mm)		
		0	3	6
P90	AS	*9,60 (1,59) Aa	*10.23 (3.63) Aa	*10.83 (2.61) Aa
	PFM	*10.41 (1.54) Aa	*11.72 (3.02) Ab	*12.79 (1.32) Bb
	PAF	*10.33 (1.23) Aa	*10.71 (3.16) Aa	*12.16 (2.56) Ab
	PW	*13.97 (1.91) Ab	*14.05 (1.79) Bb	*16.46 (3.85) Cc
Z250	AS	20.24 (0.67) Aa	20.56 (1.36) Aa	20.53 (1.44) Aa
	PFM	21.56 (1.29) Aa	21.89 (1.30) Aa	23.53 (1.21) Bb
	PAF	20.72 (0.64) Aa	20.90 (1.38) Aa	23.44 (1.35) Bb
	PW	22.43 (1.38) Aa	23.85 (0.64) Bb	27.71 (1.34) Cc

Means followed by distinct capital letters in the same row and distinct small letters in the same column are significantly different at $P < 0.05$. * Differs the resin Z250 in the same solution and distance ($p \leq 0.05$).

Solubility

The data of Table 6 showed median and maximum and minimum values of each solvent solubility. Although it is noticed statistical differences among the factors, negative values attributed indicate an inconclusive result.

Table 6. Median and maximum and minimum values of solvent solubility in $\mu\text{g}/\text{mm}^3$

Composite	Solution	Distance		
		0 mm	3 mm	6 mm
P90	AS	-4,73 (-7,95; -2,28) Aa	-5.32 (-9.90; -2.52) Aa	-4.49 (-7.90; -2.12) Ab
	PFM	-5.41 (-9.55; -2.60) Aa	-5.53 (-11.55; -2.42) Aa	-4.86 (-7.70; -2.53) Ab
	PAF	-5.03 (-7.88; -2.38) Aa	-2.63 (-10.05; 0.00) Aa	-2.64 (-4.98; 0.00) Aab
	PW	-2.30 (-2.72; 0.00) Aa	-6.09 (-8.98; -4.04) Ba	-2.40 (-2,46; 0.00;) Aa
Z250	AS	-5.52 (-8.16; -2.79) Aa	-5.47 (-9.03; 0.00) Aab	-5.23 (-9.22; -2.77) Aa
	PFM	-6.24 (-9.87; -2.59) Aa	-7.69 (-9.36; -5.57) Aab	-7.25 (-14.12; -2.79)Aa
	PAF	-5.13 (-8.39; 0.00) Aa	-2.96 (-6.35; -2.40) Aa	-2.49 (-11.57; 2.77) Aa
	PW	-2.78 (-8.72; 0.00) Aa	-9.25 (-14.78; -5.61) Ab	-4.60 (-12.09; -2.67)Aa

Means followed by distinct capital letters in the same row and distinct small letters in the same column are significantly different at $P < 0.05$.

DISCUSSION

The clinical performance of dental composites is to a great extent dependent on their mechanical properties and resistance to chemical degradation by acids and other organic substances found in the oral cavity^{28,29}. A satisfactory degree of conversion of the composite may be associated with the polymer network, with different amounts of crosslinking³⁰, which can be influenced by the distance between the tip end of the curing light and the composite surface^{8,23}.

The distance between the light source tip end and composite surface is another important factor to be considered. Clinical variations have showed that this distance directly affects light intensity that reaches the material^{23,31} and thus interferes in the polymerization depth and degree of conversion²³. Unlike previous studies²³, this study did not observe a statistical difference between the top surface and base for any of the composites tested. Furthermore, it can be noted that regardless of the composite when the polymerization was performed at 6 mm, the DC was significantly lower (top and bottom). Although studies demonstrate that polymerization is a phenomenon not uniform^{23,32}, it is believed that the results obtained in this study are justified by the thickness of the specimen made (1mm). The literature has shown that larger increments than 2mm could favor differences in DC's top and bottom restoration.

Studies²³ have shown that photoactivation at 6 mm from the tip end of the light curing unit to the composite surface led to a decrease of 50% in the amount of irradiance reaching the material's surface. Coincidentally, for the 6 mm distance, the irradiance observed was 319 mW/cm², which corresponds to about half of the irradiance for the 0 mm distance, which was 618 mW/cm². This light dispersion yielded to a loss of energy dose and probably promoted a lower camphorquinone excitation^{32,33} and a polymer chain formation with lower crosslinks³⁰. Thus, there will be more space for solvent molecules to diffuse inside the polymer network, making the polymer more susceptible to the plasticization effect of solvent³⁴.

Thus, the first hypothesis that both materials showed similar performance was rejected. According to results of this current investigation, higher DC was found for methacrylate compared to silorane composite²⁶. Probably, the UDMA monomer contained in the Filtek Z250 composite gives more mobility and has been related to increase DC³; and differences in the mechanism of the polymerization reaction can explain these results. Methacrylate is cured by radical intermediates and cycloaliphatic oxirane polymerizes via cationic intermediates⁶. Moreover, the onset of cationic ring-opening polymerization of the silorane is slower due to the necessary formation of sufficient cations to initiate the polymerization, thus more

time of light-curing is required compared to radical cure of methacrylate monomers molecules into polymer network^{5,13}.

Another plausible explanation for the lower degree of conversion of the silorane-based composite that would the light-curing time recommended for silorane composite resin using quartz-tungsten-halogen (QTH) with irradiance between 500-1400 mW/cm² is 40 s, as well as LEDs with output between 500-1000 mW/cm². For LEDs with irradiance between 1000-1500 mW/cm² is indicated an exposure light time of 20 s. In this study, to maintain a standardized with the methacrylate-based composite was standardized time of 20 seconds using a second generation LED for each distance photoactivation tested. It may have happened due to the short time of light curing for all specimens (20 s), which possibly resulted in a low energy dose and contributing to form a less established polymer network^{32,35}.

The data showed that, regardless of the distance photoactivation and the immersion medium, the rate of sorption-based composite silorane (P90) was significantly lower than the methacrylate-based composite (Z250). This can be explained by the composition of the material and not by the DC. Moreover, this result showed that the polymeric structure formation of the silorane based composite may be different of the methacrylate one and it should be more elucidated in future studies. The monomers present in the polymeric matrices of the methacrylate-based composite (Filtek Z250) (Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA, UDMA) have hydrophilic groups in their backbones, i.e., -OH-, >C=O, -O-, -NH-³⁷, which probably make them more prone to salivary sorption. In addition to the polymeric matrix, the filler particle system may also influence the sorption phenomenon in resin composites². Besides that, silorane represents a merger of siloxane and oxirane species and reveals good biocompatibility even in uncured condition and high hydrophobicity and oxirane exhibits low shrinkage and high reactivity^{22, 38}. Thus, this more hydrophobic nature of the silorane may contribute for lower sorption comparable to conventional methacrylate resin-based.

Regardless of the type of composite, saliva did not influence the rate of sorption in no distance photoactivation. Thus, it is believed that, even with the possibility of different configurations crosslinking, the difference of the observed sorption 3 mm to 6 mm and PW is justified by its composition and pH. That is, the presence of hydrogen peroxide at low concentration (1.5%) decrease in pH favors the challenge solution (3,8%). , Regarding the effects of hydrogen peroxide in the composite matrix, it is known that acid solutions can change the composition of organic resinous material³⁹, due to the high oxidative power of hydrogen peroxide. Miranda et al²³ showed that even in low concentrations, it is capable of causing harm to the links polymer, yielding this material to be more susceptible to softening and degradation.

Another important observation is that the 6mm, the UFW had similar behavior to PAF. Notably, Table 2 shows that the pH of PAF is less than the PFM. Miranda et al²³ verified the presence in Plax Alcohol Free of phosphoric acid (0.174 g / l), which, even in small quantities, could reduce the pH of the solution and change the sorption phenomena and hygroscopic expansion, due to the presence of free hydrogen groups.

Almeida et al²⁸ showed that low pH mouthrinses may have a role in the polymer composite resin through the catalysis of ester groups from dimethacrylate monomers present in their compositions (Bis-GMA, Bis- Ema, UDMA and TEGDMA). The hydrolysis of these ester groups can form alcohol and carboxylic acid molecules, which can accelerate the degradation of the composite resin, due to the low pH inside their matrixes²⁸. On the other hand, the low pH cause softening of the matrix surface by removing the monomer structure of the polymer³⁰, or can promote an opening in the structure of the polymer, facilitating saliva diffusion²⁸ and decreasing its physical properties^{41,42}, accelerating the detachment or release of ions from its surface^{34,43}.

The susceptibility of the more linear or less crosslink polymer to softening²⁶ in solvents may be explained by the solvent-polymer interaction and, consequently, by Hoy's solubility parameter for polar forces⁴⁴. The solubility of the composite is

strongly influenced by monomer conversion⁴⁵, and high hydrophobicity of the siloxane species may decrease the solubility of the silorane²⁶. However, although it can be observed statistical differences in solubility values, negative values observed for all factors examined (composite, distance and solution) lead to a more rational conclusion that the phenomenon occurred; the composites tested were more susceptible to water sorption leading to mass gain⁴⁴, which could mask the real solubility⁴⁶. It does not mean that no solubility occurred, but rather that the water sorption was greater than the solubility⁴⁷, because the final mass was greater than the original. Supposedly, some molecules of the solvent, the polymer chains are joined by hydrogen bonds, as occurs with water, and remained firmly adhered to the polar sites along the polymer network⁴⁶ preventing the removal of all the solvent during the dissection⁴⁸.

Although this study attempted to simulate cycles alternating between saliva and mouthwash, the chemical degradation of the restoration surface in vivo is the result of complex reactions with different chemicals components. Clinically, the mouthwashes' effects on composite resins may be different according to some factors, such as acquired film, food inhabits, beverages, and oral care products, which cannot be reproduced in vitro. Those factors, acting together or in isolation, may interfere with the physical and mechanical properties of the materials, influencing the durability of the restorative treatment^{23,29}.

CONCLUSIONS

Under the conditions of this in vitro study, it may be concluded that: (1) the composite metacrylate-based showed higher DC compared to the silorano-based composite; no statistical difference in DC from top and bottom. Only when the polymerization was carried out to 6mm, the DC was significantly lower for both composites. (2) the methacrylate-based composite had higher rates of sorption

than the base composite silorano; saliva did not affect sorption, regardless of the distance and of the composite. the PW showed significantly change the sorption, regardless of the type of composite; (3) The solubility test demonstrated negative data, masking the real solubility.

REFERENCES

1. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate- based dental resins. *Biomaterials* 2002;23:1819–1829.
2. Gonçalves L, Filho JD, Guimarães JG, Poskus LT, Silva EM. Solubility, salivary sorption and degree of conversion of dimethacrylate-based polymeric matrixes. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 May;85(2):320-5
3. Filho JD, Poskus LT, Guimarães JG, Barcellos AA, Silva EM. Degree of conversion and plasticization of dimethacrylate-based polymeric matrices: influence of light-curing mode. *J Oral Sci*. 2008; 50(3): 315-321.
4. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986;20:121–131.
5. Van Ende A, De Munck J, Mine A, Lambrechts P, Van Meerbeek B. Does a low-shrinking composite induce less stress at the adhesive interface? *Dent Mater*. 2010; 26(3): 215-222.
6. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. *Dent Mater*. 2005; 21(1): 68-74.
7. Yap AU, Seneviratne C. Influence of light density on effectiveness of

composite cure. *Oper Dent*. 2001; 26(5): 460-466.

8. Aguiar FHB, Lazzari CR, Lima DANL, Ambrosano GMB, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res* 2005;19:302–306.

9. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002;29:1165–1173.

10. DB de Almeida JB, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Consani S. Influence of curing tip distance on resin composite Knoop hardness number, using three different light curing units. *Oper Dent* 2003;28:315–320.

11. Price RB, Dérand T, Loney RW, Andreou P. Effect of light source and specimen thickness on the surface hardness of resin composite. *Am J Dent* 2002;15:47–53.

12. Soh MS, Yap AU, Siow KS Effectiveness of composite cure associated with different curing modes of LED lights. *Oper Dent* 2003;28:371–377.

13. Palin WM, Fleming GJ, Nathwani H, Burke FJ, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. *Dent Mater*. 2005; 21(4): 324-335.

14. Aguiar FH, Ajudarte KF, Lovadino JR. Effect of light curing modes and filling techniques on microleakage of posterior resin composite restorations. *Oper Dent*. 2002; 27(6): 557-562.

15. Xie H, Zhang F, Wu Y, Chen C, Liu W. Dentine bond strength and microleakage of flowable composite, compomer and glass ionomer cement. *Aust Dent J*. 2008; 53(4): 325-

16. Boaro LCC, Gonçalves F, Guimarães TC, Ferracane JL, Versluis A, Braga RR. Polymerization stress ,shrinkage and elastic modulus of current low-shrinkage restorative composites. Dent Mat.
17. Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites.DentMater2005;21(1):68–74.
18. Bouillaguet S, Gamba J, Forchelet J ,Krejci I, Wataha JC. Dynamics of composite polymerization mediates the development of cuspal strain. Dent Mater 2006;22(10):896–902.
19. Bagis YH, Baltacioglu H, Kahyaogullari S. Comparing microleakage and the layering methods of silorane-based resin composite in wide Class II MOD cavities. Oper Dent 2009;34(5):578–85.
20. Yamazaki PC, Bedran-Russo AK, Pereira PN, Wsift Jr EJ. Microleakage evaluation of a new low-shrinkage composite restorative material. Oper Dent 2006;31(6):670–6.
21. Ilie N, Hickel R. Macro-,micro-and nano-mechanical investigations on silorane and methacrylate-based composites. Dent Mater 2009;25(6):810–9.
22. 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 Int 2009;40(8):631–8.
23. Miranda DA, Bertoldo CES, Ambrosano GMB, Aguiar FHB, Lima DANL, Lovadino JR. Effect of curing light distance and different mouthwashes on the sorption and solubility of a nanofilled composite. Eur J Esthetic Dent. 2013; 8(1): 1-16
24. Aguiar FH, Braceiro A, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect

of light curing modes and light curing time on the microhardness of a hybrid composite resin. *J Contemp Dent Pract*. 2007; 8(6): 1-8.

25. Da Rosa Rodolpho PA, Donassollo TA, Cenci MS, Loguércio AD, Moraes RR, Bronkhorst EM, Opdam NJ, Demarco FF. 22-year clinical evaluation of the performance of two posterior composites with different filler characteristics. *Dent Mater*. 2011; 27(10): 955-963.

26. Kusgoz A, Ülker M, Yesilyurt C, Yoldas OH, Ozil M, Tanriver M. Silorane-based composite: depth of cure, surface hardness, degree of conversion, and cervical microleakage in Class II cavities. *J Esthet Restor Dent*. 2011; 23(5): 324-335.

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

28. Almeida GS, Poskus LT, Guimarães JG, da Silva EM. The effect of mouthrinses on salivary sorption, solubility and surface degradation of a nanofilled and a hybrid resin composite. *Oper Dent* 2010;35:105–111.

29. Miranda Dde A, Bertoldo CE, Aguiar FH, Lima DA, Lovadino JR. Effects of mouthwashes on Knoop hardness and surface roughness of dental composites after different immersion times. *Braz Oral Res* 2011;25:168–173.

30. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of selected components on crosslink density in polymer structures. *Eur J Oral Sci* 2001;109:282–285.

31. Aguiar FHB, Oliveira TRV, Lima DANL, Ambrosano GMB, Lovadino JR. Microhardness of different thicknesses of resin composite polymerizes by convectional photocuring at different distances. *Gen Dent* 2008;56:144–148.

32. de Araújo CS, Schein MT, Zanchi CH, Rodrigues AS Jr, Demarco FF. Composite resin microhardness: the influence of light curing method, composite shade, and depth of cure. *J Contemp Dent Pract* 2008;9:43–50.
33. Soh MS, Yap AUJ. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent* 2004;32:321–326.
34. Ferracane JL. Hygroscopic and hydrolytic effects in dental polymer networks. *Dent Mater* 2006;22:211–22.
35. Lindberg A, Peutzfeldt A, van Dijken JW. Effect of power density of curing unit, exposure duration, and light guide distance on composite depth of cure. *Clin Oral Investig* 2005;9:71–76.
36. Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck JJ, Vreven J, Lambrechts P, Leloup G. Characterization of the inorganic fraction of resin composites. *J Oral Rehabil*. 2004; 31(11): 1090-1101.
37. Santerre JP, Shajii L, Leung BW. Relation of dental composite formulations to their degradation and the release of hydrolyzed polymeric-resin-derived products. *Crit Rev Oral Biol Med*. 2001;12:136-51.
38. Guggenberger R, Weinmann W. Exploring beyond methacrylates. *Am J Dent*. 2000; 13(Spec No): 82D-84D.
39. de Alexandre RS, Sundfeld RH, Briso AL, Bedran-Russo AK, Valentino TA, Sundfeld ML. Effect of 10% carbamide peroxide dental bleaching on microhardness of filled and unfilled sealant materials. *J Esthet Restor Dent* 2006;18:273–278.
40. Ortengren U, Andersson F, Elgh U, Terselius B, Karlsson S. Influence of pH and storage time on the sorption and solubility behaviour of three

composite resin materials. *J Dent* 2001;29:35–41.

41. Benetti AR, Asmussem E, Munksgaard EC, Dewaele M, Peutzfeldt, Leloup G, Devaux J. Softening and elution of monomers in ethanol. *Dent Mater* 2009; 25:1007–1013.

42. Aguiar FHB, Braceiro ATB, Ambrosano GMB, Lovadino JR. Hardness and diametral tensile strength of a hybrid composite resin polymerizes with different modes and immersed in ethanol or distilled water media. *Dent Mater* 2005;21:1098–1103.

43. Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Contraction stress related to composite inorganic content. *Dent Mater*. 2010; 26(7): 704-709.

44. Lopes LG, Jardim Filho Ada V, de Souza JB, Rabelo D, Franco EB, de Freitas GC. Influence of pulse-delay curing on sorption and solubility of a composite resin. *J Appl Oral Sci* 2009;17:27–31.

45. da Silva EM, Almeida GS, Poskus LT, Guimarães JG. Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite. *J Appl Oral Sci* 2008;16:161–166.

46. Malacarne J, Carvalho RM, Goes MF, Svizero N, Pashley DH, Tay FR, et al. Water sorption/solubility of dental adhesive resins. *Dent Mater* 2006; 22:973–980.

47. Fabre HSC, Fabre S, Cefaly DFG, Carrilho MRO, Garcia FCP, Wang L. Water sorption and solubility of dentin bonding agents light-cured with different light sources. *J Dent* 2007;35:253–258.

48. Janda R, Roulet JF, Latta M, Rüttermann S. Water sorption and solubility of contemporary resin-based filling materials. *J Biomed Mater Res Part B: Appl Biomater* 2007;82B:545–551.

CONCLUSÃO

Diante dos resultados deste trabalho, pode-se concluir que:

- . Incrementos de até 1mm não apresentaram diferenças no grau de conversão da superfície de topo para a superfície de base;
- . Somente na distância de 6mm, o grau de conversão foi significativamente menor quando comparado as demais distâncias.
- . O compósito Filtek 250 apresentou maiores valores de grau de conversão que o compósito a base de metacrilato (Filtek P90), entretanto, devido a diferença monomérica entre os dois materiais não se pode predizer que este resultado seja determinante para influenciar outras propriedades físicas.
- . Quando imersos em enxaguatório contendo peróxido de hidrogênio, os espécimes demonstraram maior sorção, em relação às demais soluções, independente da distância de fotoativação.
- . O compósito Filtek P90 apresentou menores valores de sorção, para todas as variáveis avaliadas, em relação a Filtek Z250.
- . A solubilidade para os dois compósitos apresentou valores negativos, o que sugestivamente demonstra que na realidade, os corpos de prova ganharam massa após imersão, entretanto, não conseguiu remover todo solvente durante o período de dissecação.

REFERÊNCIAS

Abate PF, Zahra VN, Macchi RL. Effect of photopolymerization variables on composite hardness. J Prosth Dent. 2001; 86(6); 632-5

Alonso RC et al. Modulated photoactivation methods: effect on marginal and internal gap formation of restorations using different restorative composites. J Biomed Mater Res B Appl Biomater 2007;82,346-351.

Aravamudhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. Dent Mater. 2006; 22(11): 988-94.

Braga RR, Ferracane JL. Alternatives in polymerization contraction stress management. Crit Rev Oral Biol Med. 2004; 15:176-184.

Cavalcanti AN, Mitsui FH, Ambrosano GM, Mathias P, Marchi GM. Effect of different mouthrinses on Knoop hardness of a restorative composite. Am J Dent. 2005 Dec;18:338-40.

Ciccone-Nogueira JC, Borsatto MC, Souza-Zaroni WC, Ramos PP, Palma-Dibb RG. Microhardness of composite resins at different depths varying the post-irradiation time. J Appl Oral Sci. 2007; 15(4):305-9.

Corciolani G, Vichi A, Davidson CL, Ferrari M. The influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy. Oper Dent. 2008 May-Jun;33(3):325-31.

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

Cunha LG et al. Influence of the curing method on the post-polymerization shrinkage stress of a composite resin. J Appl Oral Sci 2008, 16(4), 266-270.

Gürdal P, Güniz Akdeniz B, Hakan Sen B. The effects of mouthrinses on microhardness and colour stability of aesthetic restorative materials. J Oral Rehabil 2002; 29:895-901.

Ilie N, Hickel R. Silorane-based dental composite: behavior and abilities. Dent Mater J. 2006; 25(3): 445-454.

Lima DA, De Alexandre RS, Martins AC, Aguiar FH, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of curing light and bleaching agents on physical properties of a hybrid composite resin. J Esthet Restor Dent. 2008 Aug;20(4):266-75.

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

Moon HJ, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Effects of various light curing methods on the leachability of uncured substances and hardness of a composite resin. J Oral Rehabil. 2004 Mar;31(3):258-64.

Moore BK, Platt JA, Borges G, Chu TM, Katsilieri I. Depth of cure of dental resin composites: ISO 4049 depth and microhardness of types of materials and shades. Oper Dent. 2008 Jul-Aug;33(4):408-12.

Okada K, Tosaki S, Hirota K, Hume WR. Surface hardness change of restorative filling materials stored in saliva. Dent Mater 2001; 17(1):34-9.

Polydorou O, Trittler R, Hellwig E, Kümmerer K. Elution of monomers from two conventional dental composite materials. Dent Mater. 2007 Dec;23(12):1535-41

Price RB, Felix CA, Andreou P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights. *Biomaterials*. 2004 Aug;25(18):4465-77.

Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Oper Dent*. 2007; 32(6): 571-8.

Roeters FJ, de Jong LC, Opdam NJ. Change to a new composite with low shrinkage not sensible at this point. *Ned Tijdschr Tandheelkd*. 2009; 116 (1): 10-5.

Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Study of water sorption, solubility and modulus of elasticity of light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials*. 2003; 24(4): 655-65.

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

Sideridou ID, Karabela MM, Vouvoudi ECh. Dynamic thermomechanical properties and sorption characteristics of two commercial light cured dental resin composites. *Dent Mater*. 2008;24(6):737-43.

Thomé T, Steagall Jr W, Tachibana A, Braga SRM, Turbino ML. Influence of the distance of the curing light source and composite shade on hardness of two composites. *J Appl Oral Sci*. 2007; 15(6):486-91.

Toledano M, Osorio R, Osorio E, Fuentes V, Prati C, Garcia-Godoy F. Sorption and solubility of resin-based dental materials. *J Dent*. 2003; 31(1):43-50.

Türker SB, Biskin T. The effect of bleaching agents on the microhardness of

dental aesthetic restorative materials. J Oral Rehabil. 2002 Jul;29(7):657-61

Vandewalle KS, Roberts HW, Rueggeberg FA. Power distribution across the face of different light guides and its effect on composite surface microhardness. J Esthet Restor Dent. 2008;20(2):108-17;

Yearn JA. Factors affecting cure of visible light activated composites. Int Dent J. 1985 Sep;35(3):218-25.