



**UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA**  
**Pós-Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais**  
**Faculdade de Ciências – Campus de Bauru**  
**Faculdade de Engenharia – Campus de Ilha Solteira**

Michela Melissa Duarte Seixas Sostena

**INFLUÊNCIA DA UMIDADE, TEMPERATURA E TEMPO DE IRRADIAÇÃO  
SOBRE PROPRIEDADES FÍSICAS DE RESINAS COMPOSTAS USADAS NA  
ORTODONTIA.**

**Ilha Solteira – SP**

**2009**

Michela Melissa Duarte Seixas Sostena

**INFLUÊNCIA DA UMIDADE, TEMPERATURA E TEMPO DE IRRADIAÇÃO  
SOBRE PROPRIEDADES FÍSICAS DE RESINAS COMPOSTAS USADAS NA  
ORTODONTIA.**

Tese apresentada como requisito à obtenção do título de Doutor à Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – Programa de Pós Graduação em Ciência e Tecnologia de Materiais, área de concentração de Física da Matéria Condensada, sob a orientação do Prof. Dr. João Carlos Silos Moraes.

**Ilha Solteira – SP**

**2009**

## FICHA CATALOGRÁFICA

Elaborada pela Seção Técnica de Aquisição e Tratamento da Informação  
Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da UNESP - Ilha Solteira.

- S716i      Sostena, Michela Melissa Duarte Seixas.  
Influência da umidade, temperatura e tempo de irradiação sobre propriedades físicas de resinas compostas usadas na ortodontia / Michela Melissa Duarte Seixas Sostena. -- Ilha Solteira : [s.n.], 2009.  
156 f. : il.
- Tese (doutorado) - Universidade Estadual Paulista. Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira. Área de conhecimento: Física da Matéria Condensada, 2009
- Orientador: João Carlos Silos Moraes  
Bibliografia: p. 127-137
1. Ortodontia. 2. Resinas compostas. 3. Resistência ao cisalhamento.  
4. Dureza Vickers. 5. Grau de conversão. 6. Transição vítrea.



---

Por recomendar da banca o título da  
Tese para o ser

INFLUÊNCIA DA UMIDADE, TEMPERATURA E  
TEMPO DE IRRADIAÇÃO SOBRE PROPRIEDADES  
FÍSICAS DE RESINAS COMPOSTAS USADAS NA  
ORTODONTIA

5/8/09  
Juncos

**Dedico este trabalho,**

*Ao meu esposo **Alvinho** que deu forças para que eu continuasse meus estudos, mesmo sabendo que para isso muitos seriam os obstáculos e sacrifícios. Pelo companheirismo e dedicação, e por tudo que compartilhamos ao longo da nossa caminhada. Pela importância que tens em minha vida. Por me ensinar tantas coisas, e me tornar uma pessoa melhor. Esta vitória não se concretizaria sem o seu apoio, amor, confiança e respeito, e minha alegria é imensa em poder dividi-la contigo. A cada etapa, vencemos juntos, e minhas conquistas serão sempre suas também.*

*Aos meus pais, **Aparecido e Norma**, que exerceram sempre com dedicação, esforço e competência o papel de pais, e por muitas vezes, renunciaram às suas próprias realizações em favor das minhas. Pela luta em dar a seus filhos a oportunidade de estudar e avançar na vida. Pelo incentivo constante que contribuiu determinadamente para minha formação acadêmica. Pelo papel fundamental na formação do meu caráter, ensinando-me a ter honestidade, responsabilidade e respeito, valores que considero essenciais para seguir cada passo de minha vida. O que sou e o que conquistei devo muito a vocês. Divido mais esta etapa cumprida.*

*A vocês, meu amor, admiração e respeito.*

## AGRADECIMENTOS

Ao meu orientador Prof. Dr. João Carlos Silos Moraes, do Departamento de Física e Química - Área de Física, da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP, pela oportunidade de realização deste projeto, permitindo a experiência em uma área tão diversa à minha formação, e que contribuiu de forma singular para meu crescimento profissional. Pela paciência e atenção, pela compreensão das minhas limitações, e diante das dificuldades, por sempre me encorajar e incentivar na continuidade deste trabalho, enfim, por tudo que pude aprender com você ao longo destes anos de estudo.

Ao Prof. Dr. Carlos Roberto Grandini do Departamento de Física - Área de Física, da Faculdade de Ciências de Bauru - UNESP pela colaboração nas medidas de espectroscopia mecânica e pela atenção dispensada na compreensão dos resultados.

Aos alunos de pós-graduação da Faculdade de Ciências de Bauru – UNESP, Renata Abdallah Nogueira e Emerson Haruiti Kamimura pela realização das medidas de espectroscopia mecânica, pela paciência, atenção e preciosa ajuda na coleta de dados para este trabalho.

À aluna de pós-graduação da Faculdade de Ciências e Tecnologia de Presidente Prudente - UNESP, Rebeca Delatore Simões pelas medidas de DMA realizadas durante este trabalho.

Às empresas: Dental Morelli, Vigodent, 3M do Brasil e Orthosource do Brasil pelo fornecimento de materiais utilizados neste estudo.

Ao Prof. Dr. José Carlos Barbosa, da Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias de Jaboticabal - UNESP pela realização das análises estatísticas e auxílio na compreensão dos resultados obtidos.

A todos os Professores do Departamento de Física e Química da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP, agradeço pela atenção dispensada. Em especial, ao Professor Dr. Jean Richard Dasnoy Marinho pela colaboração no entendimento dos resultados deste trabalho.

Às secretárias do Departamento de Física e Química, Rosimary e Solange e do POSMAT, Djanira e Andressa pela gentileza e atenção.

Aos servidores administrativos da biblioteca da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP pelo atendimento e atenção.

Ao técnico do laboratório de Criogenia da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP, Gilberto Antônio Brito pela colaboração prestada.

Aos técnicos do laboratório de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Ricardo de Souza Antunes e Edson Volta pela realização dos experimentos laboratoriais deste trabalho, sempre com muito esmero, eficiência e atenção.

Aos colegas do curso de Doutorado, Alailson, Élio, Patrícia, Reginaldo Naves, Reginaldo Mendonça, por sempre estarem dispostos a ajudar, por compartilharmos as dificuldades e as alegrias, pelo apoio e amizade nas horas de desânimo. Divido com vocês esta conquista, pois cada um a sua maneira, contribuiu para que este trabalho se completasse.

A todos os alunos de pós-graduação do Departamento de Física e Química da Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, pois sempre que procurados não mediram esforços para me ajudar.

Aos familiares, por acreditarem em mim e estarem sempre a rezar pelo meu sucesso. Em especial, às tias Delma, Vilma, Ana Maria e Clélia, pelas demonstrações de carinho, pelas mensagens de otimismo. À avó Jacira, por me acolher com carinho, por seu exemplo de força, vivacidade e dinamismo. À avó Emília (*in memoriam*) pela acolhida

afetuosa e repleta de carinho e zelo, por seu exemplo de alegria, jovialidade e sabedoria. Saudades.....sua lembrança estará sempre presente em meus pensamentos.

Às minhas afilhadas Luísa e Lígia, e a seus pais Valdir e Sheila pelos laços de amizade e carinho.

Ao meu querido irmão Higo, pela sua existência, pelo exemplo de alegria e simplicidade, por demonstrar que a vida pode ser vivida de maneira menos complicada e mais leve.

Ao meu amor Alvinho, por todos os momentos que compartilhamos ao longo deste caminho. Por dividir as alegrias, vibrando a cada etapa vencida, e amenizar as dificuldades, incentivando nos momentos de fraqueza. Por me permitir sonhar e participar na busca destes sonhos. Pela força que me impulsionou a vencer mais esta etapa. Pela compreensão dos momentos de “estresses”. Por compreender minha ausência em nossa casa, e no convívio diário, por enfrentamos juntos a distância física, os julgamentos, críticas e tantas outras circunstâncias, e apesar disso estarmos sempre unidos e presentes um na vida do outro. Por nos fortalecermos e crescermos juntos com todos os obstáculos. Pela paciência, por todo seu amor e carinho.

Aos meus queridos pais, Aparecido e Norma, pelo amor incondicional, pela acolhida carinhosa, e pela paciência. Por acreditarem nos meus sonhos e se empenharem na realização dos meus desejos. Por me confortarem diante dos obstáculos, trazendo tranquilidade para os momentos difíceis. Por me incentivarem a “voar” sempre mais alto. Ao meu pai, por sua alegria de viver, pelas horas de descontração, pelas brincadeiras e por seu sorriso sempre no rosto. À minha mãe, por seu exemplo de força e determinação, por ser uma grande incentivadora de meus estudos. Por vocês existirem e serem tão importantes na minha vida, por todo apoio e dedicação.

A todas as pessoas do meu convívio, àquelas que encontrei ao longo de minha existência, aos amigos, a todos que contribuíram direta ou indiretamente por tudo que foi conquistado.

Acredito na providência divina, que nos conduz pelos caminhos, mesmo pelos mais incompreendidos e difíceis, e nos permite experimentar novas etapas, com obstáculos e conquistas, tornando-nos fortes para seguir em frente. Por isso agradeço a *Deus*, por todas as maravilhas recebidas durante esta caminhada, por me sustentar e apascentar meus pensamentos nos momentos de dificuldade, por sua grandeza e proteção, por me permitir ter coragem para vencer os obstáculos, aprender e crescer a cada passo.

SOSTENA, M. M. D. S. **Influência da umidade, temperatura e tempo de irradiação sobre propriedades físicas de resinas compostas usadas em ortodontia.** 2009. 158f. Tese (Doutor em Ciência e Tecnologia de Materiais) - UNESP, Faculdade de Ciências, Bauru, 2009.

## **RESUMO**

O propósito deste estudo foi avaliar as propriedades de resistência mecânica, o grau de conversão e a temperatura de transição vítrea de três resinas ortodônticas fotopolimerizáveis (Fill Magic, Ortho Lite Cure e Transbond XT), em função da umidade, temperatura, tempo de irradiação e da densidade de potência do aparelho fotopolimerizador. A resistência mecânica foi avaliada por meio de ensaios mecânicos de cisalhamento e de dureza Vickers. O grau de conversão e a temperatura de transição vítrea foram avaliados por espectroscopia no infravermelho e mecânica, respectivamente. Os resultados demonstraram que as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT apresentaram valores de resistência ao cisalhamento e dureza estatisticamente superior aos obtidos para resina Fill Magic, embora a resina Fill Magic tenha alcançado os maiores valores de grau de conversão. Maiores valores de temperatura de transição vítrea foram observados para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. Estes resultados podem estar relacionados a diferenças estruturais e no conteúdo inorgânico dos materiais. O tempo de irradiação e a densidade de potência do aparelho fotopolimerizador influenciaram significativamente nas propriedades avaliadas. O uso de um menor tempo de irradiação associado a uma menor densidade de potência ocasionou uma redução nos valores de resistência mecânica, grau de conversão e temperatura de transição vítrea. A umidade não influenciou na propriedade de dureza dos materiais. Por outro lado, o tratamento térmico influenciou no comportamento mecânico dos materiais e promoveu uma diminuição da temperatura de transição vítrea.

**Palavras-chave:** resinas compostas, resistência ao cisalhamento, dureza, espectroscopia mecânica, grau de conversão, transição vítrea.

SOSTENA, M. M. D. S. **Influence of humidity, temperature and time of irradiation on physical properties of composite resins used in orthodontics**. 2009. 158f. Tesis (Doctor of Science and Tecnology of Materials) – UNESP, Bauru, 2009.

## **ABSTRACT**

The purpose of this work was evaluate the mechanical resistance, the degree of conversion and glass transition temperature properties of three orthodontic light-cured resins (Fill Magic, Ortho Lite Cure and Transbond XT) in function of the humidity, temperature, irradiation time and power density of the light-curing unit. The mechanical resistense was evaluated through shear strength and Vickers hardness measurements. The degree of conversion and glass transition were evaluated by infrared and mechanical spectroscopy, respectively. The results showed that the Ortho Lite Cure and Transbond XT resins have shear bond strength and hardness statistically higher than Fill Magic resin, though the Fill Magic resin to have reached a higher degree of conversion. Higher glass transition temperature was observed for the resins Ortho Lite Cure and Transbond XT. These results may be related to differences in the structure and in the inorganic content of materials. The irradiation time and power density of the light-curing units significantly influenced the evaluated properties. The use of a shorter time of irradiation associated to a lower power density caused a reduction in the values of mechanical resistance, degree of conversion and glass transition temperature. The humidity did not influence the hardness of resins. On the other hand, the heat treatments influenced the mechanical behavior of resins and it promoted a reduction in the glass transition temperature.

**Key words:** composite resins, shear strength, hardness, mechanical spectroscopy, degree of conversion, glass transition.

## PRODUÇÃO CIENTÍFICA NO PERÍODO

### Artigo aceito para publicação

1. SOSTENA, M.M.D.S.; NOGUEIRA, R.A.; GRANDINI, C.R.; MORAES, J.C.S. Study of glass transition and degree of conversion of a light-curing orthodontic composite. Journal of Applied Oral Science.

### Resumos completos publicados em anais de congressos

1. SOSTENA, M.M.D.S.; NOGUEIRA, R.A.; KAMIMURA, E.H.; MORAES, J.C.S. Estudo de transição vítrea em resinas ortodônticas por espectroscopia mecânica. 18º CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, Porto de Galinhas – PE. 18 CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, v. CD. p.3173-3180.
2. SOSTENA, M.M.D.S.; MORAES, J.C.S. Avaliação do grau de conversão no processo de polimerização de três resinas ortodônticas foto-ativadas. 18º CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, Porto de Galinhas – PE. 18 CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, v. CD, p.3181-3187.
3. SOSTENA, M.M.D.S.; MORAES, J.C.S.; SANTOS, A. D. Estudo comparativo de adesividade de dois cimentos endodônticos: Sealer 26 e cimento experimental. 18º CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, Porto de Galinhas – PE. 18 CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, v. CD. p. 3188-3192.
4. SOSTENA, M.M.D.S.; MORAES, J.C.S.; SANTOS, A. D. Estudo de liberação de íons de um cimento experimental obturador de canal dentário. 18º CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, Porto de Galinhas – PE. 18 CBECiMat – Congresso Brasileiro de Engenharia e Ciência dos Materiais, 2008, v. CD. p. 3194-3200.

### Resumos simples publicados em anais de congressos

1. SEIXAS, M.M.D.; NOGUEIRA, R. A.; GRANDINI, C.R.; MORAES, J.C.S. Influence of exposure time in the glass transition of light-curing orthodontic adhesive. VI SBPMAT, 2007, Natal – RN. VI SBPMAT - Sociedade Brasileira de Pesquisa em Materiais, 2007, CD p. I 578.

## SUMÁRIO

1	INTRODUÇÃO.....	15
2	PROPOSIÇÃO .....	18
3	CONSIDERAÇÕES GERAIS.....	19
3.1	RESINAS ORTODÔNTICAS .....	19
3.1.1	Evolução na colagem ortodôntica. ....	19
3.1.2	Composição .....	28
3.1.3	Polimerização .....	32
3.2	RESISTÊNCIA MECÂNICA .....	39
3.2.1	Resistência da resina ortodôntica .....	39
3.2.1.1	Ensaio Mecânico de Cisalhamento.....	42
3.2.2	Dureza.....	45
3.2.2.1	Ensaio de Microdureza Vickers.....	47
3.3	GRAU DE CONVERSÃO .....	48
3.3.1	Espectroscopia na região do infravermelho.....	51
3.4	TRANSIÇÃO VÍTREA.....	56
3.4.1	Espectroscopia Mecânica .....	60
4	MATERIAL E MÉTODO .....	67
4.1	ENSAIO MECÂNICO DE CISALHAMENTO .....	67
4.1.1	Determinação do teor inorgânico presente nas resinas.....	76
4.2	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	77
4.3	GRAU DE CONVERSÃO .....	79
4.4	TRANSIÇÃO VÍTREA.....	81
5	ANÁLISE ESTATÍSTICA.....	83
6	RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	84
6.1	ENSAIO MECÂNICO DE CISALHAMENTO .....	84
6.2	ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS.....	99
6.3	GRAU DE CONVERSÃO .....	107
6.4	TRANSIÇÃO VÍTREA.....	113
6.5	CORRELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES AVALIADAS .....	121
7	CONCLUSÕES .....	124
8	CONSIDERAÇÕES PARA APLICABILIDADE CLÍNICA.....	126
9	SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS.....	128
10	REFERÊNCIAS .....	129
9	ANEXOS .....	140

## 1 INTRODUÇÃO

A ciência dos materiais dentários vem contribuindo de forma significativa para o avanço tecnológico, beneficiando todas as áreas da odontologia, e, de forma particular, tem proporcionado um significativo avanço na área da ortodontia.

A introdução da técnica do condicionamento ácido do esmalte por Buonocore<sup>1</sup>, em 1955, foi um marco histórico que ocasionou diversos avanços na prática ortodôntica, proporcionando aumento acentuado na aderência dos materiais resinosos à estrutura dentária, melhorando o desempenho clínico dos materiais adesivos. Conseqüentemente, ampliou-se o interesse por um material adesivo ideal para uso ortodôntico que permitisse a estabilidade clínica necessária para os acessórios ortodônticos<sup>2,3,4,5</sup>. Desta forma, a colagem direta de acessórios ortodônticos no esmalte dental consolidou-se como um procedimento clínico rotineiro, e ao longo dos anos, os pesquisadores passaram a buscar por materiais que tornassem tal procedimento cada vez mais efetivo, aprimorando a técnica<sup>2,3</sup>.

A partir da década de 70, as resinas compostas à base de Bis-GMA tornaram-se o principal material utilizado na colagem ortodôntica<sup>4,5</sup>. Inicialmente, as resinas quimicamente ativadas foram utilizadas na fixação dos acessórios, sendo estas comumente fornecidas na forma de pasta/pasta. Posteriormente, as resinas fotopolimerizáveis foram empregadas com tal finalidade, e comercializadas na forma de pasta única. As resinas compostas com flúor foram desenvolvidas com a finalidade de associar às propriedades adesivas, a ação preventiva do flúor, uma vez que, durante o tratamento ortodôntico, o desenvolvimento de lesões cariosas ao redor dos acessórios ortodônticos passou a ser um problema comum<sup>4</sup>.

Atualmente, as resinas fotopolimerizáveis são comumente utilizadas devido a vantagens, como: facilidade de uso, maior tempo e precisão para o posicionamento dos

acessórios, menor tempo de procedimento clínico; e encontramos uma diversidade de materiais resinosos com indicação de uso ortodôntico disponíveis no mercado.

Em se tratando de materiais com indicação para colagem ortodôntica, é imprescindível que a resina composta seja capaz de manter os acessórios firmemente aderidos aos dentes, durante o tratamento, resistindo às forças ortodônticas e decorrentes da mastigação. No estudo da qualidade da fixação proporcionada pelos adesivos ortodônticos, os ensaios mecânicos de cisalhamento são frequentemente utilizados, por reproduzirem aproximadamente a situação clínica<sup>6</sup>. A correlação entre o desempenho em testes mecânicos e as características estruturais do material adesivo ortodôntico é fundamental para um melhor entendimento do comportamento do material.

De um modo geral, as características estruturais e o processo de polimerização das resinas compostas são fatores que influenciam nas propriedades físicas e mecânicas<sup>7,8</sup>. A composição da resina é um dos fatores determinantes nas propriedades mecânicas, sendo aspectos de interesse, por exemplo, o tamanho e a quantidade de partículas de carga na matriz polimérica, e a ocorrência de ligações cruzadas na cadeia polimérica, além do tipo e quantidade de monômeros que formarão a matriz. Considerando a estrutura do polímero, as partículas de carga, por exemplo, tendem a influenciar na rigidez da cadeia do polimérica<sup>9</sup>. A ocorrência de ligações cruzadas ao longo da cadeia propiciam um número suficiente de pontes entre as macromoléculas lineares formando uma rede, que influenciam as propriedades físicas e químicas do polímero<sup>9,10</sup>.

O processo de polimerização é outra particularidade a ser considerada, pois no caso das resinas fotopolimerizáveis, que são ativadas pela luz, tal procedimento poderia influenciar na propriedade de resistência mecânica<sup>11</sup>. Para desencadear a reação de polimerização é necessária a exposição suficiente do material à luz, e o comprometimento de tal processo pode afetar significativamente o número de radicais livres formados e

conseqüentemente a cura do material<sup>11</sup>. Sendo assim, uma sub-polimerização pode reduzir a resistência mecânica do material, bem como afetar a biocompatibilidade do material resinoso com os tecidos orais<sup>12</sup>. Neste contexto, a avaliação do grau de conversão (GC) permite estabelecer uma correlação entre o GC e a estrutura química final do material polimérico<sup>13</sup>.

Ainda, temos que o material resinoso desempenha sua função num ambiente peculiar, o meio bucal, caracterizado pelas variações de pH, pela umidade e particularmente pelas variações de temperatura<sup>14,15</sup>. Estes fatores devem ser considerados, uma vez que alterações no meio podem influenciar as propriedades físicas do material polimérico. Neste aspecto, a transição vítrea é um importante fenômeno exibido pelos materiais poliméricos, determinando seu estado físico e influenciando em propriedades, como as características reológicas, rigidez mecânica e dureza<sup>16</sup>. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) tem interesse particular no que se refere em entender melhor sua relação com a estrutura polimérica e com as propriedades mecânicas do material, considerando que tais propriedades são altamente sensíveis a mudanças de temperatura. Deste modo, através da determinação da temperatura de transição vítrea podemos compreender melhor, por exemplo, a influência do fluxo de calor sobre as propriedades do material.

## 2 PROPOSIÇÃO

Este estudo teve por objetivo avaliar a influência da umidade, choques térmicos, tempo de irradiação e densidade de potência de aparelho fotopolimerizador nas propriedades físicas das resinas compostas Fill Magic Ortodôntico, Ortho Lite Cure e Transbond XT, utilizadas na fixação de dispositivos ortodônticos. Para isto, avaliou-se:

2.1. A resistência ao cisalhamento de cada material, por meio de ensaios mecânicos, sem e com tratamento térmico prévio;

2.2. A dureza dos materiais, por meio de ensaio de microdureza Vickers imediato à polimerização e após 7 dias, variando-se o meio de armazenamento das amostras;

2.3. O grau de conversão das resinas, utilizando a espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier;

2.4. A temperatura de transição vítrea das resinas, sem e com tratamento térmico prévio, utilizando a espectroscopia mecânica;

2.5. A qualidade de polimerização dos materiais, e desta forma, a influência do tempo de exposição à luz e do aparelho fotopolimerizador. Para isso, para a avaliação de cada propriedade houve variação no tempo de exposição à luz e na densidade de potência da fonte fotopolimerizadora.

### **3 CONSIDERAÇÕES GERAIS**

Nesta seção serão feitas algumas considerações a fim de fundamentar a compreensão do trabalho. Inicialmente, serão abordados aspectos importantes sobre as resinas utilizadas em ortodontia, destacando seu processo de evolução, características estruturais e processo de polimerização. Subseqüentemente, abordaremos as propriedades a serem avaliadas assim como as técnicas utilizadas.

#### **3.1 RESINAS ORTODÔNTICAS**

##### **3.1.1 Evolução na colagem ortodôntica.**

O tratamento ortodôntico é realizado por meio da movimentação dos dentes, de modo a posicioná-los adequadamente nos arcos dentários. Para a realização do tratamento são utilizados vários acessórios ortodônticos como os bráquetes, bandas, tubos, botões. A movimentação ortodôntica é o resultado da resposta biológica do osso alveolar e ligamento periodontal perante a aplicação de uma força determinada pela configuração do aparelho ortodôntico. Desta maneira, a força ortodôntica é gerada pelo contato do fio ortodôntico (elemento ativo) com os bráquetes, e, portanto, na cadeia complexa de eventos para a movimentação, a retenção adequada dos acessórios é fator determinante na resposta tecidual e conseqüentemente no resultado final do tratamento ortodôntico.

Inicialmente, a montagem de um aparelho ortodôntico era realizada por meio da adaptação de bandas em todos os dentes (Figura 1a), e tal procedimento caracterizava-se pela trabalhosa execução clínica, além de proporcionar inconvenientes como desconforto para o paciente, dificuldade de higienização, comprometimento estético, entre outros. A introdução do condicionamento ácido do esmalte dental ocasionou o surgimento de novos métodos para a fixação dos acessórios ortodônticos. Deste modo, houve a substituição do procedimento de bandagem pela colagem direta dos acessórios ortodônticos na superfície do esmalte dental, o que representou um marco histórico na ortodontia, beneficiando pacientes e profissionais (Figura 1b).



(a)

(b)

**Figura 1: Aparelho antigo com bandas (a), e aparelho ortodôntico atual com colagem direta de bráquetes(b).**

Então, os pesquisadores passaram a buscar por materiais adesivos que permitissem uma fixação satisfatória dos acessórios na superfície do esmalte dental, atendendo às necessidades clínicas.

O desenvolvimento das resinas ortodônticas é decorrente do desenvolvimento e evolução dos materiais resinosos inicialmente empregados na odontologia restauradora. De modo geral, na odontologia, as resinas sintéticas foram introduzidas no mercado na década de 40, sendo constituídas por um pó (metacrilato de glicidila) e um líquido (ácido acrílico) cuja polimerização ocorria por um processo de óxido-redução. As resinas acrílicas baseadas nos

metacrilatos atendiam parcialmente aos requisitos esperados para época como aparência estética, a insolubilidade em fluidos orais, e resistência, o que as tornaram superiores aos cimentos de silicato, até então utilizados. No entanto, tais resinas apresentavam elevada contração de polimerização e elevado coeficiente de expansão térmica, o que ocasionava deficiências clínicas e fracassos prematuros. No intuito de resolver tais debilidades, partículas inorgânicas, por vezes denominadas partículas de carga, foram adicionadas a esse material para a redução do volume dos componentes resinosos. Na década de 40, Paffenbarger apud Busato<sup>17</sup> adicionou partículas inorgânicas à resina acrílica tentando reduzir o coeficiente de dilatação e aumentar a sua resistência mecânica.

A princípio, as primeiras tentativas na incorporação de partículas de carga não foram bem-sucedidas, pois as cargas não se uniam quimicamente à matriz de resina, e a união incompleta acarretava defeitos microscópicos entre as cargas mecanicamente aderidas e a matriz circundante.

O desenvolvimento de materiais compostos teve início no começo dos anos 60, quando Bowen<sup>18</sup>, iniciou suas pesquisas reforçando resinas epoxídicas com partículas de carga. As deficiências das resinas epoxídicas, como a baixa velocidade de polimerização e instabilidade de cor, estimularam-no em direcionar suas pesquisas no sentido de combinar as vantagens das resinas epoxídicas com as resinas acrílicas. Este trabalho resultou no desenvolvimento de um reagente longo, multifuncional, a partir da reação de monômeros vinílicos e epóxicos, chamado de molécula de dimetacrilato de bisfenol A-bis-glicidila (Bis-GMA), ou molécula de Bowen, marcando o surgimento da resina composta. O uso das resinas compostas à base do Bis-GMA difundiu-se por várias especialidades da odontologia, e ao longo do tempo, o avanço tecnológico proporcionou melhorias nas propriedades físicas e mecânicas deste material, ampliando sua utilização clínica.

Em outro estudo, Bowen<sup>19</sup> pôde demonstrar que o aumento da parte inorgânica e o tratamento da superfície das partículas inorgânicas com um agente de união, do tipo vinil silano, ocasionaram melhora em algumas propriedades da resina à base de Bis-GMA, como o aumento da resistência e módulo de elasticidade, e a redução da contração de polimerização e coeficiente de expansão térmica.

Na ortodontia, a procura por um material adesivo ideal levou à avaliação de vários materiais, como os poliacarboxilatos, as resinas epóxicas, acrílicas e os dimetacrilatos (Bis-GMA), na tentativa de colagem dos acessórios à superfície do esmalte dental.

Sadler<sup>2</sup> foi o primeiro autor a descrever a colagem direta de bráquetes ortodônticos. O autor tentou fixar bráquetes ortodônticos diretamente ao esmalte de dentes humanos extraídos e tratados com condicionamento ácido, avaliando nove tipos de adesivos, sendo quatro cimentos dentários, dois adesivos para metal, um cimento à base de borracha e dois adesivos de uso geral do tipo “cola tudo”. Após a realização de testes com aplicação de forças de tração, cisalhamento e torque, concluiu que nenhum dos adesivos promovia estabilidade suficiente para a clínica ortodôntica.

Swanson & Beck<sup>20</sup> avaliaram um adesivo à base de cianocrilato modificado de baixa viscosidade e o condicionamento com ácido fosfórico a 85% na colagem de bráquetes. Embora o condicionamento ácido tenha propiciado uma maior capacidade de retenção, os resultados foram insatisfatórios, sendo que alguns bráquetes, sob meio úmido, descolaram após vinte quatro horas e os demais em quatro semanas. Os autores destacaram a umidade como fator determinante do insucesso.

Newman<sup>21</sup> avaliou a técnica de condicionamento ácido do esmalte com a finalidade de aumentar a força de adesão entre a superfície dentária e um adesivo para ortodontia. Para tanto, desenvolveu e testou uma resina epóxica à base de bisfenol A. Os

resultados demonstraram um aumento da força de adesão após o condicionamento ácido do esmalte.

Mitchell<sup>22</sup> avaliou cinco materiais na tentativa de colagem de bráquetes ortodônticos, dentre os quais, uma resina epóxica, dois cimentos odontológicos (fosfato de zinco e cobre negro) e dois adesivos de uso geral. O autor concluiu que nenhum dos materiais proporcionou uma retenção clinicamente aceitável.

Mizhari & Smith<sup>23</sup> avaliaram os cimentos de policarboxilato de zinco, fosfato de zinco, fosfato de cobre e sílica-fosfato, na colagem direta de acessórios ortodônticos sem condicionamento ácido do esmalte, por meio de ensaios mecânicos. Os resultados demonstraram uma maior capacidade de retenção promovida pelo cimento de policarboxilato de zinco comparada à dos outros cimentos.

Cueto<sup>24</sup> descreveu uma das primeiras colagens diretas de bráquetes realizada em pacientes utilizando uma resina à base de metil-2-cianocrilato com partículas de silicato, e o condicionamento do esmalte com uma mistura de ácido fosfórico a 50% e óxido de zinco a 7%. Num período de 8 a 18 meses, houve uma percentagem pequena de bráquetes descolados.

Newman et al.<sup>3</sup> avaliaram várias formulações de resinas à base de metilmetacrilato para a fixação de bráquetes ortodônticos, com o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico a 40%. Ainda, o autor publicou, em 1969, uma revisão do estágio em que se encontravam suas pesquisas sobre colagem direta em ortodontia<sup>4</sup>. O condicionamento ácido do esmalte com ácido fosfórico foi considerado indispensável para um melhor desempenho do adesivo. Quanto ao adesivo, devido aos resultados insatisfatórios com os cianocrilatos, poliuretanos, poliésteres e resinas epóxicas, as resinas acrílicas, até então, tornaram-se o material de sua escolha<sup>4</sup>.

Retief et al.<sup>25</sup> avaliaram um adesivo a base de resina epóxica e o condicionamento ácido na colagem de bráquetes ortodônticos. Os valores de força de adesão foram satisfatórios

com a realização do condicionamento ácido. Embora tenham observado um alto índice de descolagem, os autores ressaltaram os benefícios da colagem direta em relação aos procedimentos de bandagem.

Miura et al.<sup>26</sup> avaliaram um novo sistema para colagem de bráquetes plásticos, o qual consistia em uma resina acrílica quimicamente ativada à base de metilmetacrilato, com um catalisador do tipo tri-n-butil borano (TBB). Segundo os autores, este tipo de catalisador quando comparado ao sistema catalisador da resina quimicamente ativada convencional, permitia a polimerização na presença de umidade, ocasionando uma maior estabilidade e durabilidade da colagem. Ainda, associaram ao condicionamento com ácido fosfórico a 65% por 30s, o tratamento da superfície com metacriloxipropil trimetoxissilano. Este agente, segundo os autores, seria capaz de reagir com o cálcio do esmalte, melhorando a adesão. No acompanhamento de quatro casos clínicos utilizando este material, observaram a taxa de queda dos bráquetes no decorrer do tratamento ortodôntico, cuja frequência de descolagem foi de 2% para a região anterior superior, 6% para a região anterior inferior e 11% para a região posterior, sendo o último justificado pelas forças decorrentes da mastigação.

Silverman et al.<sup>27</sup> apresentaram um novo método para colagem utilizando um adesivo polimerizado com luz ultravioleta. Ainda, em 1972, Cohl et al.<sup>28</sup> avaliaram *in vitro* e *in vivo* um sistema adesivo polimerizado por luz ultravioleta, como opção para colagem de bráquetes e concluíram que o sistema adesivo avaliado era efetivo, destacando vantagens como uma boa estética e rapidez de polimerização.

Zachrisson<sup>5</sup> relatou a avaliação do desempenho clínico de um sistema adesivo composto por uma resina dimetacrilato (Bis-GMA) pasta-pasta, polimerizada quimicamente, uma resina fluida e o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico a 37%, obtendo como resultados baixos percentuais de descolagem.

No final da década de 70, com a associação do condicionamento ácido e a aplicação de resinas à base de Bis-GMA, as colagens diretas de acessórios ortodônticos à superfície dentária consolidaram-se como um procedimento clínico de rotina, no qual se obteve forças de adesão e estabilidade clínica satisfatórias. Primeiramente, as resinas compostas quimicamente ativadas ocuparam espaço na clínica ortodôntica. Em seguida, com o desenvolvimento das resinas compostas fotopolimerizáveis, estas se tornaram amplamente utilizadas na colagem ortodôntica devido às vantagens de uso. Desta forma, houve um crescente interesse em investigar as propriedades de tais materiais, e sua eficácia na fixação dos acessórios ortodônticos.

Tavas & Watts<sup>29</sup> avaliaram *in vitro*, uma resina composta fotopolimerizável, utilizando a técnica de transluminação para a colagem de bráquetes metálicos. A superfície dentária foi condicionada com ácido fosfórico a 37% e a polimerização foi realizada por cinco minutos, sendo o feixe de luz direcionado num ângulo de 45° à face oclusal do dente, de modo a polimerizar o material por transluminação. Os valores de resistência obtidos foram considerados satisfatórios para aplicação clínica do material.

Tavas & Watts<sup>30</sup> avaliaram duas resinas quimicamente ativadas e duas resinas fotopolimerizáveis na fixação de bráquetes metálicos. Os ensaios mecânicos foram realizados após 5 minutos e 24 horas de imersão das amostras em água destilada a 310K. Não houve diferença estatística nos resultados obtidos com as resinas quimicamente ativadas e fotopolimerizáveis. Os maiores valores de resistência para os dois tipos de resinas foram observados após 24 horas.

King et al.<sup>31</sup> avaliaram a resistência de bráquetes colados com resinas fotopolimerizáveis e resinas quimicamente ativadas, obtendo melhores resultados com as resinas quimicamente ativadas. Porém, verificaram que as resinas fotopolimerizáveis apresentaram resistência suficiente para serem utilizadas clinicamente.

O'brien et al.<sup>32</sup> em um estudo clínico avaliaram a qualidade de fixação de bráquetes colados com resinas quimicamente ativadas e fotopolimerizáveis. Nos primeiros seis meses houve 6% de falhas nos bráquetes colados com as resinas quimicamente ativadas e 4,7% naqueles colados com resinas fotopolimerizáveis. Os autores concluíram que os resultados obtidos com os dois tipos de resinas não apresentaram diferença estatisticamente significativa.

Galindo et al.<sup>33</sup> avaliaram em estudo *in vivo*, as taxas de descolagem de bráquetes fixados com uma resina quimicamente ativada e outra fotopolimerizável. Observaram 11,3% de taxa de descolagem com a resina fotopolimerizável e 12% com a resina quimicamente ativada. A taxa de descolagem na região posterior foi superior que na região anterior. Os autores consideraram os resultados clinicamente satisfatórios.

Com o crescente uso das resinas ortodônticas, os pesquisadores buscaram pelo aprimoramento de tais materiais e o desenvolvimento de novas alternativas para a realização da colagem. Newman foi precursor ao salientar a importância da associação de adesivos resinosos com o flúor em forma de fluoreto de sódio, fluoreto estanhoso ou flúor monofosfato, com o intuito de minimizar a descalcificação dos dentes ao redor dos acessórios ortodônticos, em pacientes com condições precárias de higiene oral<sup>4</sup>. A desmineralização e o enfraquecimento do esmalte verificado ao redor dos bráquetes passaram a ser atribuído ao ataque ácido realizado além da área de fixação do bráquete associado com uma deficiente higienização, tornando-se um problema freqüente em pacientes submetidos a tratamento ortodôntico.

As resinas compostas acrescidas de fluoreto foram desenvolvidas e têm sido utilizadas na odontologia restauradora e também na ortodontia, com a finalidade de reduzir a descalcificação dos dentes e prevenir o desenvolvimento de cáries secundárias. A efetividade destes materiais tem sido alvo de estudo dos pesquisadores<sup>34,35</sup>. Além disso, na ortodontia, há

uma preocupação quanto ao desempenho mecânico destes materiais, e se o flúor incorporado não seria capaz de influenciar na resistência mecânica<sup>34</sup>. Aasrum et al.<sup>34</sup>, em estudo *in vitro*, avaliaram a força de adesão após 24 horas e seis meses de resinas quimicamente ativadas e fotopolimerizáveis sem flúor e uma resina fotopolimerizável com flúor. Concluíram que a resina acrescida de flúor proporcionou valores de força de adesão adequados para uso clínico; a força de adesão não sofreu alteração após seis meses, período em que ocorre a liberação de flúor; e que o uso de uma resina com flúor poderia ser clinicamente interessante para a inibição de lesões brancas ao redor dos bráquetes. Segundo os autores, o flúor incorporado à resina se encontrava ligado às partículas de carga do material, não tendo interação química com a matriz resinosa, e não contribuiria para uma redução nos valores de força de adesão deste material. Sinha et al.<sup>35</sup> avaliaram a força de adesão e o índice de adesivo remanescente (IAR) de resinas quimicamente ativadas e fotopolimerizáveis com e sem flúor. Os autores concluíram que as resinas quimicamente ativadas e fotopolimerizáveis com flúor apresentaram força de adesão e IAR favoráveis quando comparados aos observados para as resinas sem flúor e que as resinas com flúor podem ser utilizadas favoravelmente na clínica ortodôntica.

Da mesma forma, as resinas modificadas por poliácidos, também chamadas de compômeros, foram introduzidas para uso ortodôntico objetivando o benefício da liberação do flúor, cujos níveis de liberação de flúor passaram a ser avaliados<sup>36,37</sup>. Estes materiais combinam a resina composta e o cimento de ionômero de vidro. Apresentam em sua composição um monômero dimetacrilato com dois grupos carboxílicos presentes em sua estrutura e o vidro de aluminossilicato<sup>38</sup>. O cimento de ionômero de vidro convencional é um tipo de material que tem como particularidade a capacidade de liberar íons flúor. Os compômeros liberam flúor por um mecanismo similar ao do cimento de ionômero de vidro convencional, porém a quantidade de flúor liberada e a duração são menores que as dos

cimentos de ionômero de vidro<sup>39</sup>. Os compômeros apresentam propriedades mecânicas superiores às dos cimentos de ionômero de vidro convencionais e inferiores às das resinas compostas<sup>38,39</sup>.

Deste modo, existe no mercado uma diversidade de materiais resinosos com finalidade de uso ortodôntico, todavia, a escolha do material deve ser fundamentada no conhecimento de suas propriedades. O estudo de sua eficiência, por meio de experimentos clínicos e laboratoriais, é de grande importância, por proporcionar ao profissional a possibilidade de melhores resultados no tratamento clínico ortodôntico.

### **3.1.2 Composição**

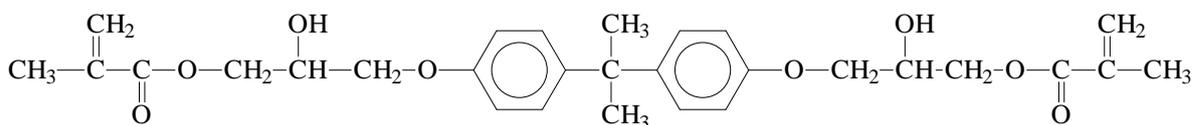
O termo compósito, em odontologia, se refere à estrutura que apresenta uma combinação de fase orgânica e inorgânica em sua composição. O material compósito é geralmente formado de dois ou mais constituintes insolúveis um no outro e, esta combinação, possui propriedades superiores ou intermediárias àquelas dos componentes originais. As resinas compostas enquadram-se neste conceito uma vez que, são constituídas principalmente por uma matriz orgânica, cargas inorgânicas e um silano, que atua como agente de união entre as duas fases.

A parte orgânica da resina composta, em geral, é constituída por: monômeros, componentes de maior importância, pois sua união resultará na formação da matriz polimérica; um sistema ativador-inibidor responsável pelo processo de polimerização; os estabilizadores que inibem a polimerização prematura e; por fim, um agente de união responsável pela adesão da matriz resinosa e a carga inorgânica. Na parte inorgânica podemos

encontrar os pigmentos que dão coloração às resinas, os aditivos que melhoram a estabilidade de cor e, o principal deles, as partículas inorgânicas chamadas de partículas de carga, que podem ser diretamente relacionadas com as propriedades físicas do material.

Quanto à parte orgânica, ela é basicamente composta por um monômero multifuncional de cadeia longa. O Bis-GMA é o principal monômero formador das resinas compostas aplicadas na odontologia de forma geral e particularmente das resinas indicadas para uso ortodôntico. A molécula de Bis-GMA (Figura 2) pode ser descrita como um éster aromático de um dimetacrilato, sintetizado a partir de uma resina epóxica (etilenoglicol de Bisfenol A) e metilmetacrilato, caracterizando-se como uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono reativas nas extremidades. Apresenta alto peso molecular (512g/mol) e viscosidade relativamente alta, o que contribui para a rigidez da cadeia molecular<sup>40</sup>. A viscosidade representa a resistência que as moléculas têm para fluir, e um alto valor de viscosidade é indicativo da presença de interações intermoleculares. Tais interações podem ocasionar uma reduzida mobilidade das moléculas do monômero durante a polimerização e uma menor flexibilidade da cadeia polimérica correspondente<sup>41</sup>.

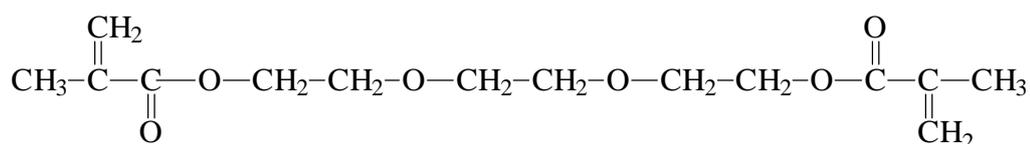
O extenso comprimento de cadeia molecular e o alto peso molecular contribuem para a redução na contração de polimerização<sup>42</sup>. A presença dos grupos aromáticos no centro da molécula confere rigidez à cadeia molecular<sup>43</sup>.



**Figura 2:** Molécula de Bis-GMA.

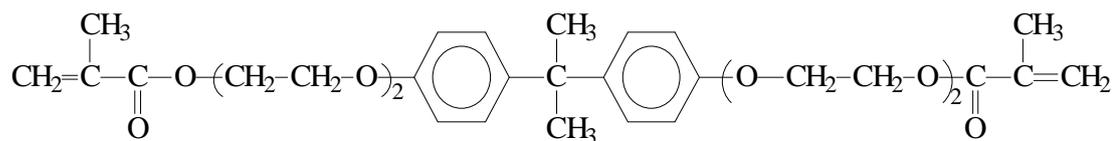
A alta viscosidade do Bis-GMA torna necessária sua associação com monômeros de menor peso molecular que atuam como diluentes, os quais servem para reduzir a viscosidade, facilitando a incorporação de partículas inorgânicas, de modo a contribuir para

uma melhor homogeneização do material<sup>44</sup>. Um dos monômeros mais usados como diluente do Bis-GMA é o TEGDMA (trietilenoglicol dimetacrilato) (Figura 3). Outro diluente também usado é o EGDMA (etilenoglicol dimetacrilato). O TEGDMA, cujo peso molecular é de 286g/mol, apresenta uma molécula linear relativamente flexível, com ligações insaturadas de carbono nas duas extremidades. No entanto, monômeros de baixo peso molecular apresentam como inconveniente o aumento da contração de polimerização da mistura. Segundo autores, variações nas quantidades de monômero principal e diluente irão causar diferentes graus de conversão, influenciando nas propriedades mecânicas do material resinoso<sup>43,44</sup>.



**Figura 3:** Molécula de TEGDMA.

Outro monômero multifuncional encontrado nas formulações da resina composta é o Bis-EMA (bisfenol A dimetacrilato etoxilado). O Bis-EMA (Figura 4) é um homólogo do Bis-GMA, sendo obtido por uma modificação na molécula de Bis-GMA, pela substituição da hidroxila por um átomo de hidrogênio. Este homólogo foi desenvolvido com o intuito de minimizar os efeitos da sorção de água, uma vez que, a natureza polar das resinas à base de Bis-GMA resulta em absorção de água do meio bucal, contribuindo para o enfraquecimento da matriz resinosa, com subsequente redução nas propriedades mecânicas<sup>42</sup>. Do mesmo modo que na molécula de Bis-GMA, a presença dos anéis benzênicos no centro da molécula do Bis-EMA confere rigidez à cadeia molecular<sup>41</sup>.



**Figura 4:** Molécula de Bis-EMA.

Diante da particularidade estrutural de cada monômero, a quantidade e o tipo de monômeros presentes na composição da matriz têm influência direta nas propriedades finais da resina<sup>43</sup>.

Quanto à parte inorgânica, a incorporação de partículas de carga à matriz orgânica visa melhorar significativamente as propriedades físicas desta matriz. Além disso, o grau volumétrico dessas cargas, seu tamanho, sua distribuição por tamanho e sua dureza, são fatores importantes na determinação das propriedades e na aplicação clínica da resina composta. Várias partículas inorgânicas têm sido utilizadas e, como exemplo, podemos citar: as de vidro de bário, o quartzo, a sílica pirolítica, o silicato-lítio-alumínio, e a sílica coloidal.

As partículas inorgânicas são tratadas com agentes de união como os silanos orgânicos, que são aplicados à superfície da carga, promovendo uma maior interação química com a matriz orgânica. O agente de união proporciona uma estabilidade hidrolítica e previne a penetração de água na interface resina/carga. Estudos demonstraram que o tamanho, tipo e quantidade de partículas de carga influenciaram em propriedades como resistência à fratura, resistência ao desgaste, dureza, e no coeficiente de expansão térmica<sup>45,46,47</sup>.

As resinas compostas podem ser classificadas segundo o tipo e tamanho das partículas de carga presentes em sua composição. Deste modo, temos, por exemplo as resinas de macropartículas (tamanho médio das partículas: 8-12 $\mu\text{m}$ ), as de micropartículas (tamanho médio das partículas: 0,04-0,4 $\mu\text{m}$ ), e as híbridas (tamanho médio das partículas: 0,6-1 $\mu\text{m}$ )<sup>44</sup>.

As variações na quantidade e tipo de monômeros, assim como nas partículas de carga podem influenciar consideravelmente o comportamento da resina composta e, desta

forma, melhores resultados clínicos serão obtidos à medida que o profissional detiver maiores informações sobre as características estruturais do material que está sendo aplicado, e suas implicações clínicas.

### **3.1.3 Polimerização**

As resinas compostas pertencem à classe de materiais poliméricos. Seu componente orgânico polimerizado constitui a matriz polimérica. O polímero é uma macromolécula formada pela união de unidades estruturais simples recorrentes, conhecidas por monômeros. O processo pelo qual os monômeros são unidos e convertidos em polímero é chamado de polimerização. Os polímeros podem ser classificados em termoplásticos e termorrígidos ou termofixos. Os termoplásticos irão fluir durante o processamento quando submetidos à pressão e aquecimento e, ao resfriarem, tornam-se sólidos novamente. Este processo é reversível. Os termorrígidos quando submetidos ao aquecimento e à pressão amolecem somente uma vez, e ao sofrerem processo de cura e tornam-se rígidos, num processo que é irreversível<sup>40</sup>.

As resinas compostas se solidificam quando são polimerizadas. Os dimetacrilatos exibem uma polimerização em cadeia, a qual ocorre com a quebra da dupla ligação do monômero. A polimerização dos dimetacrilatos ocorre por um processo de polimerização de adição, que tem início a partir de um centro ativo (radical livre). A polimerização via radical livre acontece numa seqüência de três estágios: iniciação, propagação e terminação. A iniciação é responsável pela quebra das duplas ligações através de uma espécie ativa, chamada radical livre, originada a partir de um iniciador que ataca a ligação vinílica de um

monômero (C=C), transferindo o sítio ativo, dando início à polimerização. Os radicais livres podem ser gerados por ativação química ou ativação por energia externa (luz ou calor). Na propagação, ocorre a transferência do centro ativo de monômero a monômero, com o crescimento da cadeia a uma velocidade altíssima e baixa energia de ativação. O término da polimerização se dá com a suspensão do crescimento da cadeia devido ao desaparecimento do centro ativo, por desproporcionamento ou transferência, o qual depende do tipo de monômero e condições da polimerização. Desta maneira, no início da reação de polimerização existe uma maior quantidade de monômeros do que de radicais livres, favorecendo a taxa de propagação das cadeias reativas. Em dado momento, num meio reacional pouco viscoso, as concentrações se equivalem, e uma parte dos monômeros já está incorporada às cadeias em propagação, gerando os macroradicaís e, subseqüentemente, a taxa de terminação aumenta pela grande possibilidade de interação dos radicais cadeias, que tendem a se ligar por combinação.

A polimerização dos dimetacrilatos resulta numa alta reticulação da estrutura. Entretanto, a conversão do monômero não é completa e sempre haverá a presença de quantidades consideráveis de duplas ligações pendentes<sup>48</sup>. A extensão na qual o monômero é transformado em polímero é chamado de grau de conversão.

Portanto, o processo de polimerização das resinas compostas pode ocorrer através de sistemas ativados por componentes químicos, como nas resinas autopolimerizáveis ou quimicamente ativadas, ou por luz visível, como nas resinas fotopolimerizáveis.

As primeiras resinas compostas utilizadas na odontologia de modo geral, e particularmente na ortodontia, foram as quimicamente ativadas. Geralmente, estes materiais se apresentam em forma de duas pastas, onde uma delas contém o iniciador, o peróxido de benzoíla, e a outra, o ativador, uma amina terciária (N, N - dimetil-*p*-toluidina). Quando estas pastas são misturadas ocorre uma reação entre o iniciador e o ativador, resultando no aparecimento de radicais livres que levam à polimerização do Bis-GMA, com a formação de

ligações cruzadas na estrutura final. A reação é caracterizada pela liberação de calor e pela contração do polímero, ocorrendo geralmente entre 30 e 60s. Citamos como exemplo de resina quimicamente ativada o Concise Ortodôntico (3M), utilizado a longo tempo na ortodontia, com bons resultados clínicos comprovados pela maioria das investigações clínicas e laboratoriais, sendo freqüentemente eleito como controle positivo de referência.

No sistema de ativação química espera-se que ocorra uma uniforme conversão dos monômeros em toda a extensão da resina manipulada. No entanto, as resinas quimicamente ativadas apresentam algumas desvantagens como a possibilidade de incorporação de bolhas de ar no interior da massa durante a espatulação, podendo inibir a polimerização; a realização de uma mistura incompleta das pastas, que resultaria numa reação incompleta de polimerização; e uma alta variabilidade e difícil proporcionamento das pastas pelo operador. Além disso, há um reduzido tempo de trabalho, devido à rápida polimerização. Tais fatos contribuíram para que as resinas quimicamente ativadas fossem substituídas por materiais ativados por luz.

As resinas polimerizadas pelo uso de luz, chamadas de fotopolimerizáveis, surgiram no início da década de 70. Os primeiros sistemas fotoativados usavam espectros de luz ultravioleta, com comprimentos de onda variando entre 340 e 380nm<sup>49</sup>. Neste sistema, a luz ultravioleta atuava como ativador excitando o iniciador, normalmente um éter. Então, o iniciador, por meio de energização, quebrava as duplas ligações carbono-carbono gerando os radicais livres que, por sua vez, buscavam novas ligações para conseguirem estabilidade, ocorrendo a polimerização<sup>50</sup>. Contudo, este sistema de polimerização apresentava inconvenientes como uma limitada profundidade de penetração da luz no material, o que comprometia a polimerização e conseqüentemente as propriedades físicas da resina. Além disso, os efeitos nocivos da luz ultravioleta sobre a retina e tecidos orais não pigmentados ofereciam riscos ao operador e ao paciente. Visando resolver tais deficiências, houve o

desenvolvimento do sistema de ativação por luz visível, com comprimentos de onda situados no espectro da cor visível entre 400 e 700nm.

As resinas fotopolimerizáveis são fornecidas em forma de pasta única acondicionada em seringa. Este sistema polimerizado por luz visível possui um fotoiniciador, geralmente a canforquinona, que apresenta um espectro de absorção no intervalo entre 400 e 500 nm, com pico máximo de absorção em torno de 467 nm<sup>51,52</sup>. No sistema de iniciação, a canforquinona e um agente redutor representado por uma amina terciária, o dimetilaminoetilmetacrilato (DMAEMA), geram radicais livres quando irradiadas pela luz visível, iniciando o processo de polimerização. Desta forma, quando submetidas à radiação da luz visível, as moléculas de canforquinona passam para um estado triplete excitado e reagem com as aminas terciárias (DMAEMA), formando excitações complexas, que convertem a canforquinona e o DMAEMA em radicais livres. Os átomos dos radicais livres apresentam um número ímpar de elétrons fazendo com que suas moléculas se tornem muito reativas, e desta forma, excitam as ligações duplas alifáticas existentes entre os átomos de carbono (C=C) do monômero, formando um par com um dos elétrons da ligação dupla, deixando os outros membros do par livres e igualmente reativos, dando continuidade à reação. As quantidades de agente iniciador e redutor que são adicionadas à formulação da resina podem influenciar no grau de conversão do material<sup>53,54,55</sup>.

Na ortodontia, o uso das resinas fotopolimerizáveis intensificou-se devido a várias vantagens como o controle do tempo de trabalho, o maior tempo para o posicionamento dos acessórios, a praticidade de aplicação, a fácil manipulação e a possibilidade de uma maior precisão na fixação dos acessórios.

Para a polimerização das resinas ativadas pela luz visível, são utilizados os aparelhos fotopolimerizadores. Com relação à emissão de luz pelos aparelhos fotopolimerizadores, alguns conceitos são pertinentes. A intensidade de luz dos aparelhos é

também chamada de densidade de potência ou irradiância, sendo expressa em  $\text{mW}/\text{cm}^2$ . A densidade de potência (DP) é o quociente da potência média (P) do aparelho pela área (A) da ponteira ativa, ou seja,  $(DP = P/A)^{56}$ . Por outro lado, a densidade de energia (DE) representa a quantidade de energia fornecida a uma dada superfície irradiada, sendo expressa em  $\text{J}/\text{cm}^2$ . A densidade de energia (DE) é o produto da densidade de potência (DP) do aparelho pelo tempo de exposição (t) da superfície à luz, ou seja,  $(DE = DP \times t)^{56}$ .

Desde o surgimento das resinas fotopolimerizáveis, várias fontes de luz foram disponibilizadas no mercado, dentre as quais, destacamos os aparelhos de lâmpada halógena e os aparelhos de diodos emissores de luz.

Os aparelhos de lâmpada halógena são os mais antigos e ainda frequentemente utilizados pelos clínicos. Este tipo de aparelho é constituído por uma lâmpada que utiliza um gás inerte derivado de halogênios e possui um filamento de tungstênio, protegido por uma cápsula de quartzo. A emissão de luz halógena, conhecida como incandescência, ocorre através de uma corrente elétrica que aquece o filamento de tungstênio, gerando feixes de luz de alta intensidade e com vários comprimentos de onda, e calor<sup>57,58</sup>. Então, para este tipo de aparelho torna-se necessário o uso de filtros, os quais são colocados entre a lâmpada e a ponteira, fazendo com que o aparelho disponibilize radiação na faixa apropriada para a sensibilização da canforquinona, com comprimentos de onda entre 400 e 500 nm. Além disso, devido ao aquecimento, o aparelho possui um sistema de refrigeração, que ocasiona o aumento do consumo de potência. Para este tipo de aparelho, encontra-se uma diversidade de marcas comerciais, que diferem, por exemplo, quanto ao modelo, tipo de fotoativação (ex: pulsátil, gradual), diâmetros da ponteira ativa, e intensidade de luz, a qual pode variar entre 300 a  $1000 \text{ mW}/\text{cm}^2$ <sup>59</sup>.

Devido às altas temperaturas e ao calor dissipado pela lâmpada durante sua operação, o aparelho de lâmpada halógena apresenta como limitações de uso o restrito tempo

de vida dos bulbos e uma progressiva degradação dos filtros, lâmpadas e sistemas condutores. Ainda, observa-se neste tipo de aparelho, uma diminuição da intensidade de luz emitida ao longo do tempo<sup>52</sup>.

No intuito de minimizar o calor gerado pela fotoativação com luz halógena, outra fonte de luz foi desenvolvida e vem sendo utilizada. Trata-se do aparelho do tipo diodo emissor de luz, também chamado de aparelho do tipo LED (“Light Emitting Diode”). Este aparelho é constituído de diodos, que se baseiam em junções de semicondutores dopados (junção p-n), onde o condutor tipo n tem excesso de elétrons, e o tipo p, possui falta de elétrons, sendo rico em lacunas ou “buracos receptores” de elétrons. Quando uma corrente elétrica é aplicada através do dispositivo, há a passagem de elétrons na junção pn, ocasionando um fluxo de elétrons e buracos, o que resulta na emissão de luz fria, conhecida como luminescência, com mínimo aquecimento<sup>10</sup>. A composição do material utilizado como semicondutor é responsável pelo comprimento de onda e a cor da luz emitida. No caso dos LEDs azuis, utilizados para fotopolimerização das resinas, os semicondutores consistem de Nitreto de Gálio e Índio (InGaN). Estes aparelhos emitem luz com comprimentos de onda em torno de 455 a 486nm, coincidindo exatamente com a faixa de absorção do espectro da canforquinona<sup>58</sup>.

Sthal et al.<sup>52</sup> observaram em seu estudo que, quando comparado ao aparelho de lâmpada halógena, o aparelho tipo LED apresentou uma menor intensidade de luz, porém seu espectro de emissão de luz se superpôs completamente ao espectro de absorção da canforquinona. A quantidade de luz emitida pelo aparelho de lâmpada halógena sobre toda a região espectral foi maior do que a emitida pelo aparelho LED, no entanto, considerando-se a eficiência da fonte, ou seja, quanto do espectro de emissão foi absorvido pela canforquinona, o aparelho LED apresentou um rendimento duas vezes maior do que o aparelho de lâmpada halógena. Segundo os autores, tais observações poderiam contribuir para a eficiência de polimerização dos aparelhos tipo LED, apesar da menor intensidade de luz.

Então, como vantagens, os aparelhos tipo LED apresentam um longo tempo de vida útil, um baixo consumo de energia, produzem pouco calor, são compactos e emitem luz com comprimentos de onda coincidentes com o espectro de absorção da canforquinona. Ainda são mais resistentes a choques e vibrações, e podem ser usados com baterias recarregáveis.

Os aparelhos tipo LED pertencentes à primeira geração se caracterizam por apresentar uma baixa intensidade de luz (50 a 300 mW/cm<sup>2</sup>), sendo compostos por um conjunto de diodos emissores de luz. Com o avanço tecnológico, os fabricantes procuraram aperfeiçoar esta modalidade de aparelho e disponibilizaram no mercado uma nova geração de aparelhos tipo LED. Os aparelhos tipo LED da segunda geração são compostos por um único diodo emissor de luz com maior potência, sendo capaz de gerar uma maior intensidade de luz (acima de 300 mW/cm<sup>2</sup>).

A qualidade de polimerização proporcionada pelos aparelhos fotopolimerizadores têm sido freqüentemente investigada pelos pesquisadores. Em alguns estudos, os autores observaram que a variação no tipo dos aparelhos e na intensidade de luz não interferiu nas propriedades finais das resinas<sup>60,61</sup>. Em contraponto, outros estudos demonstraram que tais variações foram significativas, e influenciaram nas propriedades físicas e mecânicas das resinas<sup>62,63,64</sup>. Alguns pesquisadores destacaram que o espectro de emissão de luz dentro da faixa de absorção da canforquinona é fundamental para níveis adequados de polimerização<sup>51,52</sup>. Além disso, para outros, cada tipo de resina necessita de uma determinada densidade de energia para alcançar uma eficaz polimerização<sup>56,65</sup>.

Rueggeberg et al.<sup>66</sup> avaliaram a influência da intensidade de luz e tempo de exposição na polimerização de resinas dentais. Os autores indicaram que aparelhos com uma intensidade de luz menor que 233 mW/cm<sup>2</sup> não proporcionariam uma polimerização eficaz. Segundo os autores, o tempo de exposição e a distância entre fonte de luz e o material são capazes de comprometer a quantidade de luz que atravessa o corpo da resina, afetando a

profundidade de polimerização. Ainda, sugeriram uma densidade de potência mínima de 400 mW/cm<sup>2</sup> para uma maior efetividade na polimerização.

Desta forma, em se tratando de aparelhos fotopolimerizadores, fatores como intensidade da luz, densidade de energia, tempo de exposição à luz e região do espectro de emissão da fonte de luz, devem ser considerados, sendo relevantes na determinação da eficácia de polimerização dos aparelhos. De modo geral, o desempenho final da resina fotopolimerizável pode ser influenciado pelas características da fonte de luz.

Portanto, assim como a composição da resina, os fatores relacionados à polimerização das resinas compostas interferem na estrutura polimérica e em suas propriedades finais.

## **3.2 RESISTÊNCIA MECÂNICA**

### **3.2.1 Resistência da resina ortodôntica**

Os materiais resinosos utilizados na colagem ortodôntica são por vezes denominados de adesivos ortodônticos. A adesão pode ser definida como a força que faz com que duas substâncias se unam quando estão em íntimo contato entre si. Logo, quando as duas substâncias são mantidas em contato íntimo as moléculas de uma aderem ou são atraídas pelas moléculas da outra. Esta força é chamada de adesão quando duas moléculas diferentes se atraem, e de coesão, quando elas são da mesma espécie. O material adicionado para produzir a adesão é conhecido como adesivo, e a superfície sobre a qual é aplicado, é chamada de

aderente. No caso da aplicação da resina na colagem ortodôntica, podemos considerar um sistema que envolve a interação de três componentes: dente-resina-bráquete (acessório), ou seja, ao promover a fixação do acessório ao dente, o material utilizado para a colagem tem um comportamento adesivo em relação ao dente e também em relação ao bráquete, tendo como resultado final, a estabilidade do acessório.

O material ortodôntico apresenta adesão química à estrutura dental, entretanto a união do material à superfície dental envolve, além disso, um fenômeno físico representado por uma união mecânica existente entre as duas substâncias em contato. A união mecânica ou retenção é de grande utilidade, devido à escassez de materiais com capacidade de adesão química considerável. Uma retenção micromecânica é proporcionada pelo condicionamento ácido do esmalte dentário, com a formação dos tags<sup>a</sup> de resina. Com relação aos acessórios, há principalmente uma união mecânica entre material adesivo e acessório. Tal união é obtida por meio de microrretenções presentes na base do bráquete e também pela conformação da base do bráquete, uma vez que há uma fraca adesão química na interface acessório/resina<sup>67</sup>. Desta forma, a adesão química e a retenção mecânica são responsáveis por uma união estável do sistema dente-resina-acessório.

Por sua vez, a força de adesão é relacionada com a propriedade de resistência da resina ortodôntica. A principal, e imprescindível propriedade que se busca no adesivo ortodôntico é a capacidade de manter os acessórios firmemente aderidos aos dentes, durante todo o tratamento, resistindo às forças ortodônticas e decorrentes da mastigação. O sistema dente-resina-acessório está frequentemente submetido a esse conjunto de forças, sofrendo variados tipos de tensões.

Tensão é a força pela unidade de área atuando em milhões de átomos ou moléculas em um plano de um material. Quando uma força externa atua em um corpo sólido,

---

<sup>a</sup> São prolongamentos resinosos e resultam da penetração do material resinoso nos espaços criados (microporosidades) no esmalte dentário pelo condicionamento ácido.

no caso o dente ou qualquer material presente no meio oral, a força aplicada dividida pela área em que esta força atua no corpo equivale ao valor da tensão produzida na estrutura. A tensão resultante da aplicação da força dependerá da área sobre a qual está sendo aplicada. Uma força de tração produz tensões de tração, uma força compressiva produz tensões de compressão, e uma força de cisalhamento produz tensões de cisalhamento, sendo todas freqüentemente aplicadas sobre o sistema mastigatório.

Por outro lado, a resistência que o material apresenta aos diversos tipos de tensões constitui uma das propriedades mecânicas de importância para a utilização desse material na cavidade oral. A resistência de um material pode ser definida como o nível médio de tensão em que o material exibe fratura<sup>44</sup>. Para um material adesivo ortodôntico, a resistência, por vezes denominada como força de adesão, é determinada pela força por unidade de área necessária para romper a união com o aderente.

Newman<sup>21</sup> sugeriu um valor mínimo de 1,38 MPa de força de adesão para um adesivo ortodôntico. Keizer et al.<sup>68</sup> sugeriram valores de força de adesão mínima entre 2,86 e 7,59 MPa.

Knoll et al.<sup>69</sup> indicaram que uma força de adesão mínima de 2,8 MPa era adequada para manterem fixos os bráquetes ortodônticos. Reynolds<sup>70</sup>, numa revisão da literatura, estabeleceu valores mínimos de adesão no intervalo de 4,9 e 7,85 MPa. Maijer e Smith<sup>71</sup> consideraram de 8 a 10 MPa como valores mínimos aceitáveis para uma boa colagem de bráquetes ortodônticos.

Reynolds<sup>70</sup> preconizou valores de força de adesão mínima de 6 a 8 MPa para que um adesivo ortodôntico seja utilizado clinicamente. Apesar do caráter subjetivo na determinação de tal intervalo, este tem sido aceito como referência nos estudos realizados<sup>6,72</sup>.

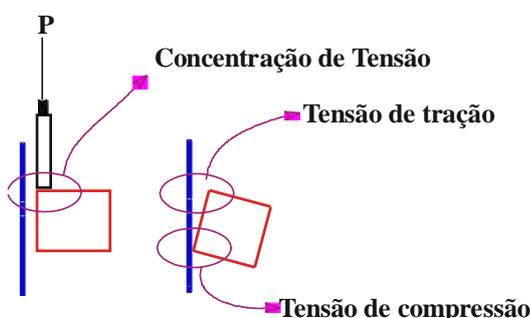
### 3.2.1.1 Ensaio Mecânico de Cisalhamento

A avaliação da resistência de um material utilizado na colagem ortodôntica pode ser realizada *in vivo*, em estudos clínicos a longo prazo, ou *in vitro* por meio de ensaios mecânicos. Os ensaios *in vivo* podem ser considerados soberanos quanto à avaliação do desempenho clínico dos materiais, mas, a complexidade para sua realização faz com que sejam pouco explorados, sendo os ensaios mecânicos mais comumente realizados. Estudos *in vivo* demonstraram menores valores de resistência quando comparados aos valores obtidos por meio de ensaios *in vitro* de um dado material<sup>73</sup>. No entanto, os ensaios mecânicos são cuidadosamente programados para reproduzirem, dentro do possível, as condições do material em uso, e as informações obtidas são de grande utilidade para delinear o comportamento mecânico do material. Há vários tipos de ensaios mecânicos, dentre os quais se destacam: os de cisalhamento, de tração e de torção.

Há controvérsias sobre o tipo de ensaio mecânico utilizado para avaliação do adesivo ortodôntico. Os ensaios de tração têm sido freqüentemente utilizados e, apesar de não reproduzirem fielmente a situação clínica, possibilitam que a qualidade de adesão seja avaliada sem a influência de variáveis presentes nos outros ensaios. Ainda, os ensaios de tração permitem avaliar a qualidade de adesão entre os três componentes do sistema dente-resina-bráquete, enquanto que os ensaios de cisalhamento avaliam a retenção do material resinoso ao dente<sup>74</sup>. Contudo, os acessórios estão sujeitos às diversas forças, sejam de tração, cisalhamento ou torção, de maneira isolada ou combinada, sem uma relação entre as forças de cisalhamento e tração, tornando impossível a comparação entre os resultados apresentados nestes testes em estudos laboratoriais<sup>74</sup>.

Entretanto, os ensaios mecânicos de cisalhamento são mais comumente utilizados por representarem aproximadamente o que ocorre clinicamente<sup>6</sup>. Uma tensão de cisalhamento tende a resistir ao deslocamento de uma porção de um corpo sobre outro. Tendo como fato a situação clínica, quando uma força é aplicada ao longo da superfície do esmalte dental, paralelamente à interface entre o esmalte e o bráquete ortodôntico, este poderá se soltar por uma falha de tensão por cisalhamento do agente de colagem. De modo geral, as descolagens de bráquetes resultam de interferências oclusais ou da mastigação de alimentos ou objetos rígidos, as quais estão relacionadas à associação de tensões de cisalhamento, torção e compressão.

É necessário destacar que a obtenção de uma tensão de cisalhamento puro em testes de sistemas adesivos utilizados para a fixação de acessórios ortodônticos depende do paralelismo entre a linha de ação da fonte de força e a interface da colagem. Geralmente, nos testes de cisalhamento sempre estão associados efeitos como momentos fletores resultantes do não paralelismo citado e relacionados com algumas tensões de tração e/ou compressão (Figura 5), não existindo um cisalhamento puro. Embora, tal fato não ocasione o comprometimento dos resultados destes testes, uma vez que não existe *in vivo* um cisalhamento puro, a metodologia nos ensaios de cisalhamento deve ser criteriosa, de modo a se obter um maior paralelismo.



**Figura 5:** Esquema ilustrando o desenvolvimento das forças em um corpo de prova submetido ao ensaio de cisalhamento.

Nos ensaios de cisalhamento, os resultados podem ser influenciados por fatores como: delimitação da área de colagem, qualidade do substrato (dente), condições de armazenagem dos corpos de prova antes dos ensaios como variações de temperatura e umidade, e o método de aplicação de força. Neto & Miguel<sup>75</sup> analisaram a metodologia empregada em ensaios mecânicos de força de adesão em 127 artigos publicados nos periódicos *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics* e *The Angle Orthodontist*, entre 1993 e 2002, e puderam verificar que 86% foram conduzidos através de ensaios de cisalhamento, ao passo que 14% foram através de ensaios de tração. Dentre os estudos com dentes humanos (68%), os pré-molares foram os mais utilizados (57%), seguidos pelos molares (31%). Quanto ao número de espécimes por grupo, 22% dos estudos analisaram entre 6 e 10 dentes; 24% entre 11 e 15; 26% entre 16 e 20; e 28% analisaram mais de 20 espécimes. As soluções de armazenamento mais empregadas foram: água destilada (43%), seguido por Timol a 0,1% (28%) e Cloreto de sódio a 0,9% (12%). Quanto à velocidade de operação da máquina de ensaios, em 25 estudos foi de 0,5 mm/min; em 43 foi de 1,0 mm/min, em 8 foi de 2,0 mm/min, e em 38 foi de 5,0 mm/min. Os autores concluíram que não houve um consenso na metodologia de tais estudos, sendo enfatizado a importância de padronização da técnica.

Devido à grande variabilidade observada nas metodologias de avaliação de força de adesão, a Organização Internacional de Padronização (ISO) elaborou um documento especificando diversos parâmetros relacionados ao tema (CD TR 11405 Materiais Dentários - Guia para testes de adesão à estrutura dentária), para criar uma normalização. Desse modo, além do paralelismo na linha de aplicação de força, outros critérios devem ser considerados na metodologia dos ensaios mecânicos. Dentre algumas especificações, a Norma ISO/TR 11405<sup>76</sup> recomenda que a substância utilizada para o armazenamento dos dentes antes dos ensaios não seja capaz de alterar a composição do esmalte dental, indicando o uso de água

destilada resfriada. As substâncias bacteriostáticas ou bactericidas são recomendadas para a desinfecção dos dentes, com uso máximo por uma semana. Com relação à velocidade de carga nos ensaios, a velocidade preconizada é de  $0.75 \pm 0,3$  mm/min. Para a termociclagem, é indicada a utilização de 500 ciclos, nas temperaturas de 278K ( $\pm 3$ K) e 328K ( $\pm 3$ K).

Em um ensaio mecânico de cisalhamento, a adesão é rompida por uma força com linha de ação paralela à superfície dentária, realizado em uma máquina de ensaios. Os valores da resistência ao cisalhamento ( $R$ ) são obtidos através da seguinte equação<sup>10</sup>:

$$R = \frac{F}{A} \quad (1)$$

onde  $F$  corresponde à carga necessária para o rompimento da união do sistema dente-resina-bráquete e  $A$  à área de união, representada pela área da base do bráquete. Em geral, os valores de resistência são expressos em MegaPascal (MPa).

### 3.2.2 Dureza

A dureza é uma propriedade mecânica cujo conceito se refere à resistência que um material, quando pressionado por outro material ou por marcadores padronizados, apresenta ao risco ou à formação de uma marca permanente (impressão). A dureza de um material depende diretamente das forças de ligação entre os átomos, íons ou moléculas. O estudo da dureza de diversos tipos de materiais é usualmente realizado, sendo de grande importância, pois permite a caracterização destes materiais quanto às suas propriedades mecânicas. Ao longo dos anos, foram desenvolvidas técnicas quantitativas para a determinação da dureza, dentre as quais, destacam-se os ensaios de dureza por penetração, freqüentemente utilizados

em engenharia, com citações em especificações técnicas, sendo especialmente empregados na avaliação de materiais odontológicos. Neste tipo de ensaio, um penetrador de formato padronizado é pressionado contra a superfície do material a ser testado, sob condições específicas de carga e taxa de aplicação. A área da impressão formada na superfície é medida e correlacionada com um valor numérico que representa a dureza do material.

Portanto, a dureza é a medida da resistência à deformação plástica, sendo determinada por meio da razão entre a carga aplicada e a área superficial da impressão permanente provocada na superfície do material<sup>77</sup>:

$$Dureza = \frac{P}{A} \quad (2)$$

onde  $P$  corresponde à carga aplicada e  $A$  à área superficial da impressão.

Os ensaios de microdureza são realizados para a determinação da dureza de constituintes individuais de uma microestrutura, de materiais frágeis, de peças extremamente pequenas ou finas. Na odontologia, os ensaios de microdureza são de suma importância na análise de materiais. Neste caso, os métodos de ensaio de microdureza estão baseados na carga e tamanho do penetrador. Os métodos Knoop (HK) e Vickers (HV) são os principais métodos de ensaio de microdureza aplicados em odontologia e caracterizam-se por causarem uma impressão microscópica no material e empregar penetradores de diamante com cargas menores que 1 Kgf. Tais métodos diferem quanto ao formato da ponta de impressão, o primeiro possui o penetrador de diamante na forma de pirâmide alongada e, o segundo, na forma de pirâmide de base quadrada.

Os ensaios de microdureza são frequentemente realizados para avaliar as resinas compostas empregadas na odontologia restauradora. Os resultados de dureza podem ser associados a propriedades como resistência mecânica e rigidez.

Ainda, estudos reportam que a dureza pode ser correlacionada com o grau de conversão de monômeros da resina<sup>78,79</sup>. O ensaio de microdureza tem sido utilizado como método indireto para avaliar a profundidade de polimerização das resinas. Segundo alguns autores, este método apresenta vantagens como: um baixo custo, rapidez e não serem destrutivos, além de apresentarem uma boa correlação com o método de avaliação de grau de conversão por espectroscopia no infravermelho<sup>78,79</sup>. No entanto, DeWald et al.<sup>80</sup> compararam em seus estudos a técnica de microdureza e a espectroscopia no infravermelho para a determinação do grau de conversão, e embora tenham observado uma boa correlação dos resultados, concluíram que a espectroscopia no infravermelho seria mais bem indicada para a avaliação do grau de conversão. Além disso, a dureza determina uma propriedade da superfície da amostra, e não permitiria descrever o comportamento do volume do material.

Em se tratando de resinas ortodônticas, na literatura a avaliação da dureza destes materiais tem sido pouco explorada. No entanto, o ensaio de microdureza é um importante teste empregado em odontologia e também pertinente no estudo de resinas ortodônticas.

### **3.2.2.1 Ensaio de Microdureza Vickers**

O ensaio de microdureza Vickers utiliza um penetrador padronizado cuja forma é uma pirâmide de diamante de base quadrada, com um ângulo de 136° entre faces opostas. Durante os ensaios, a carga pode variar de 0,01 a 1 Kgf e é mantida constante por um tempo específico, variando entre 10 e 30s. O penetrador de Vickers é pressionado na amostra deixando uma pirâmide de base quadrada em sua superfície. A impressão resultante é observada por um microscópio acoplado à máquina de teste, com a realização da medida, que

é então, convertida em um número índice de dureza. O número da dureza Vickers é uma função da carga aplicada e a diagonal da base quadrada da impressão na superfície do material, conforme a equação abaixo<sup>77</sup>:

$$HV = \frac{1,854P}{d^2} \quad (3)$$

onde  $P$  corresponde à carga aplicada e  $d$  ao comprimento da diagonal média da impressão. A carga é dada em kgf ou N e a diagonal em mm, sendo os valores de dureza Vickers expressos em kgf/mm<sup>2</sup> ou N/mm<sup>2</sup>.

Para os ensaios de microdureza, deve haver uma preparação cuidadosa dos corpos de prova, com finalidade de assegurar impressões bem definidas, que possam ser medidas com precisão. Para os testes é importante o paralelismo entre a superfície a ser testada com a outra oposta da amostra, assegurando que a superfície a ser testada fique perpendicular ao eixo do penetrador.

### 3.3 GRAU DE CONVERSÃO

O grau de conversão obtido durante a fotopolimerização é um importante fator a ser considerado no processo de cura das resinas compostas. A reação de polimerização da resina composta, conforme descrita no item 2.1.3., não forma subprodutos, porém esta reação não é completa, pois o número de ligações vinílicas  $R=CH_2$  no meio reacional não é totalmente consumido durante a reação. As ligações remanescentes estão presentes nos monômeros que não reagiram (monômero residual) ou nos que reagiram parcialmente com as cadeias poliméricas (grupamento pendente). O grau de conversão é a medida da porcentagem de ligações duplas entre os carbonos que se convertem em ligações simples decorrente do

processo de polimerização. Chung & Greener<sup>81</sup> determinaram o grau de conversão de resinas à base de Bis-GMA, obtendo valores médios de 43,5 a 73,8%. Estes valores foram também observados por Yoshida & Greener<sup>53</sup>. Ferracane & Greener<sup>82</sup> observaram valores de 57,3 a 74,5% para resinas à base de Bis-GMA.

Como a molécula de monômero de dimetacrilato pode apresentar um ou dois grupos não reagidos, durante o processo de polimerização, o residual não convertido poderá estar na forma de monômero residual e/ou como grupo pendente ligado covalentemente à estrutura do polímero. Segundo Peutzfeldt<sup>42</sup>, entre os 25 a 50% dos grupos metacrilatos que aparecem como não reagidos aproximadamente um décimo está presente como monômero residual.

No caso das resinas quimicamente ativadas, o processo de ativação química possibilita que as pastas base e ativadora promovam reação suficiente em todo o volume do material, desde que sejam devidamente misturadas e proporcionadas, contribuindo, então, para uma polimerização completa. No caso das resinas fotopolimerizáveis, embora o grau de conversão possa ser influenciado pela composição química, não depende somente deste fator, mas especialmente de uma quantidade de luz apropriada que ative o iniciador. As resinas fotopolimerizáveis são polimerizadas somente com a irradiação de luz de frequência apropriada. A extensão na qual a luz atinge o material é de grande importância, pois a luz é absorvida, dispersa e conseqüentemente atenuada durante a passagem pelo material, de tal forma que as superfícies mais próximas à fonte de irradiação de luz tendem a atingir um processo de polimerização mais eficiente quando comparadas a regiões mais distantes. Sendo assim, fatores como a banda de emissão de luz, a intensidade da fonte de luz, o tempo de irradiação e distância entre a fonte de luz e a superfície da resina, tendem a influenciar na polimerização da resina e, conseqüentemente, no grau de conversão.

A presença de camadas não polimerizadas ou parcialmente polimerizadas acarretará prejuízos ao desempenho da resina, uma vez que os níveis de conversão alcançados durante a polimerização influenciam diretamente nas propriedades físicas e mecânicas do material. Propriedades como dureza, desgaste, resistência à compressão, tensão e à flexão, estabilidade dimensional, solubilidade, reações de descoloração e degradação, são dependentes do grau de polimerização dos seus componentes<sup>80</sup>. Além disso, a presença de monômeros residuais pode ocasionar a liberação de subprodutos como formaldeído e o ácido metacrílico, comprometendo a biocompatibilidade das resinas. Por outro lado, um elevado grau de conversão também pode acarretar uma alta contração de polimerização<sup>83</sup>.

No caso dos monômeros de alto peso molecular como o Bis-GMA, observa-se comumente uma incompleta e significativa concentração de ligações duplas remanescentes no interior das resinas polimerizadas pela luz visível<sup>81</sup>. Uma conversão limitada pode ser relacionada a uma mobilidade restrita das cadeias terminais dos radicais, dos metacrilatos pendentes e a ordenação dos monômeros em altas densidades de ligações cruzadas<sup>8</sup>. Ainda, vale ressaltar que a reação de polimerização não apresenta uma terminação efetiva imediatamente após a irradiação pela luz visível ter cessado, sendo possível uma conversão adicional após o tempo de exposição à luz, devido à existência de radicais livres que persistem na cadeia após a irradiação e a possibilidade de movimentação do monômero dentro da massa reacional<sup>84</sup>.

A Espectroscopia Raman (ER) e a Espectroscopia na região do Infravermelho (IV) são técnicas que permitem a obtenção de informações sobre a estrutura molecular, níveis de energia e ligações químicas do material avaliado. São freqüentemente utilizadas no estudo do grau de conversão de resinas odontológicas. A espectroscopia no infravermelho estuda a interação da radiação eletromagnética com a matéria, e permite determinar diretamente o grau de conversão, bem como avaliar a profundidade de cura das resinas compostas.

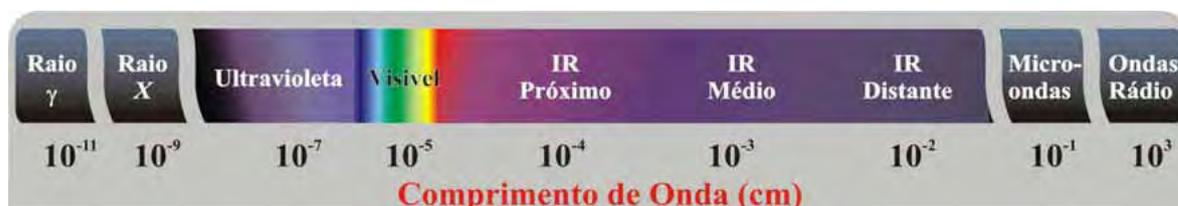
### 3.3.1 Espectroscopia na região do infravermelho

A princípio, Isaac Newton demonstrou que a luz branca que enxergamos é composta por diferentes cores. Em 1800, Herschell observou que a luz branca não era composta somente por cores visíveis, mas possuía uma componente abaixo do vermelho, a qual denominou de infravermelho<sup>85</sup>. Deste modo, a luz branca é composta por uma infinidade de cores e a parte visível é apenas uma pequena parte do espectro eletromagnético.

O comportamento ondulatório da luz foi descrito pela primeira vez por Maxwell, concluindo que a luz é uma onda eletromagnética composta por um campo elétrico ( $\vec{E}$ ) e um campo magnético ( $\vec{B}$ ) perpendiculares entre si e ambos propagando em uma mesma direção. As investigações de absorção no infravermelho para moléculas começaram por volta de 1900, com Colblentz, que obteve espectros de absorção de um grande número de compostos orgânicos<sup>85</sup>. Desde então, a espectroscopia no infravermelho vem sendo amplamente utilizada pela grande disponibilidade de região espectral e a possibilidade da variabilidade na preparação de amostras. Além disso, esta técnica permite a análise de sólidos, líquidos e gases, fornecendo informações das intensidades e posições de picos de uma maneira relativamente fácil e rápida. Na odontologia, a técnica da espectroscopia na região do infravermelho tem sido utilizada para o monitoramento em tempo real das cinéticas de fotopolimerização dos monômeros<sup>86,87</sup> e na determinação do grau de conversão na polimerização das resinas<sup>53,80,81</sup>.

A radiação infravermelha corresponde à região do espectro eletromagnético situado entre as regiões do visível e das microondas. O espectro do infravermelho pode ser

dividido em três regiões: o infravermelho distante ( $400\text{-}40\text{ cm}^{-1}$ ), o infravermelho médio ( $4000\text{-}400\text{ cm}^{-1}$ ) e o infravermelho próximo ( $14200\text{-}4000\text{ cm}^{-1}$ ), conforme destacado na Figura 6.



**Figura 6:** Figura representativa do espectro eletromagnético.

Quando a radiação eletromagnética incide sobre um material, os campos elétricos e magnéticos da radiação interagem com os elétrons dos átomos ou com as moléculas do material produzindo uma perturbação em função do tempo. A espectroscopia no infravermelho estuda a interação da radiação infravermelha com a amostra, baseando-se na absorção da radiação incidente devido a vibrações das moléculas, uma vez que a radiação infravermelha quando absorvida pela amostra converte-se em energia vibracional molecular. As frequências normais de vibração de uma molécula estão relacionadas com o movimento relativo dos átomos que a compõe, podendo ser de dois tipos: deformação axial (ou *stretching*) e deformação angular (ou *bending*)<sup>85,88</sup>. Uma vibração de deformação axial é um movimento rítmico ao longo do eixo da ligação, na qual a distância interatômica aumenta e diminui alternadamente. As vibrações de deformação angular correspondem a variações do ângulo de ligação.

A absorção no infravermelho baseia-se no acoplamento entre a frequência de vibração da radiação infravermelha e a frequência vibracional das moléculas que compõem a matéria. É necessário que haja uma variação no momento de dipolo elétrico ( $\vec{\mu}$ ) da molécula durante a vibração e, quando isso ocorre, surge um campo que pode interagir com o campo

elétrico associado à radiação. Se a frequência natural de vibração da molécula coincide com a frequência da radiação, há uma transferência de energia que resulta em variação na amplitude da vibração molecular, ocorrendo a absorção da radiação. A espectroscopia no infravermelho também permite determinar os grupos funcionais de um dado material. Cada grupo absorve em frequência característica de radiação na região do infravermelho, de modo que um gráfico de intensidade de radiação versus frequência, chamado de espectro, permite caracterizar os grupos funcionais de moléculas constituintes de um material<sup>88</sup>.

Um espectro de infravermelho é obtido pela passagem da radiação pela amostra, determinando a fração da radiação incidente que é absorvida com uma particular energia, sendo esta energia dada pelo postulado de Planck, segundo a equação<sup>89</sup>:

$$\Delta E = h\nu \quad (4)$$

onde  $h$  corresponde à constante de Planck ( $h = 6,626 \times 10^{-34}$  Js) e  $\nu$ , à frequência da radiação incidente.

A intensidade das bandas pode ser expressa em transmitância ou absorbância. A transmitância é a razão entre a energia radiante transmitida por uma amostra e a energia radiante que nela incide. A absorbância é o logaritmo decimal do recíproco da transmitância<sup>89</sup>:

$$A = \log_{10}\left(\frac{1}{T}\right) = \log_{10}\left(\frac{I_0}{I}\right) \quad (5)$$

onde  $T$  corresponde a transmitância,  $I_0$  a intensidade da radiação incidente e  $I$  da radiação transmitida.

As posições das bandas no espectro de infravermelho são apresentadas em número de ondas (na unidade  $\text{cm}^{-1}$ ), preferencialmente utilizado por ser diretamente proporcional à energia e à frequência, como apresentado na equação<sup>89</sup>:

$$E = h\nu = \frac{hc}{\lambda} = hc\bar{\nu} \quad (6)$$

onde  $c$  é a velocidade da luz ( $3 \times 10^8$  m/s) e  $\bar{\nu}$  o número de ondas.

Os espectrômetros são os equipamentos utilizados para a obtenção de espectros no infravermelho. Os equipamentos mais modernos baseiam-se na interferometria para a obtenção do espectro e a técnica é chamada de espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR). Eles são compostos por cinco partes principais: a fonte de radiação, o compartimento de amostras, o banco óptico, o detector e o computador. A fonte de radiação infravermelha é formada por uma fonte aquecida eletricamente a temperaturas que alcançam de 1.000 a 1.800°C e se permitido um tempo adequado para seu aquecimento, esta fonte é capaz de produzir um mesmo padrão de intensidade em um determinado intervalo de comprimento de onda. O compartimento de amostras é o local do equipamento destinado para adaptação de acessórios ou aparatos (porta-amostra) para obtenção do espectro de amostras sólidas, líquidas e gasosas. O banco óptico é a base do equipamento, constituído basicamente de um interferômetro de Michelson e um conjunto de espelhos responsáveis pela divisão e recombinação dos feixes produzidos pela fonte. O detector recebe o feixe da radiação após ter passado pela amostra, produzindo um sinal elétrico em resposta a intensidade de cada comprimento de onda que nele chega, gerando um interferograma. O computador recebe o interferograma, e por meio da transformada de Fourier, fornece um espectro de absorção caracterizando a amostra estudada quanto à intensidade em relação ao número de ondas.

O grau de conversão das resinas compostas pode ser estudado nas regiões do infravermelho médio (MIR) e infravermelho próximo (NIR). A região espectral do infravermelho médio tem sido comumente utilizada na análise do grau de conversão das resinas<sup>80,81</sup>. A determinação do grau de conversão nesta região baseia-se na diminuição da intensidade do modo estiramento axial C=C do metacrilato, em  $1638 \text{ cm}^{-1}$ , durante o processo de polimerização. A análise quantitativa necessita da presença de uma banda de absorção

estável que não muda em consequência da polimerização. Para resinas à base de Bis-GMA ou com outros monômeros aromáticos, as bandas de absorção C=C aromáticas em 1608 ou 1583  $\text{cm}^{-1}$  podem servir como padrão interno de normalização, eliminando assim a necessidade de se considerar a espessura da amostra.

Apesar de freqüentemente utilizada para determinar o grau de conversão, a região espectral de infravermelho médio coincide com o intervalo em que há absorção da radiação infravermelha pela água. Portanto, qualquer variação na umidade do ar dentro do espectrômetro, durante a obtenção dos espectros pode causar diferenças na intensidade das linhas de absorção da água, gerando deformações principalmente na banda centrada em 1638  $\text{cm}^{-1}$ , associada a C=C alifática, e por vezes, faz-se necessário purgar o espectrômetro com um gás inerte a fim de se obter dados quantitativos mais precisos.

A região espectral do infravermelho próximo (NIR) vem sendo utilizada na determinação do grau de conversão de monômeros odontológicos<sup>65,84,86,87</sup>. Estudos comparativos de espectros do infravermelho próximo de monômeros de Bis-GMA/TEGDMA e o seu polímero revelaram que as bandas de absorção nesta região podem ser úteis na determinação da conversão de monômeros metacrilatos<sup>90</sup>. Os monômeros apresentam uma banda *overtone* em 6165  $\text{cm}^{-1}$ , uma combinação de bandas R=CH<sub>2</sub> localizada em 4743  $\text{cm}^{-1}$  e uma absorção aromática R=CH<sub>2</sub> em 4623  $\text{cm}^{-1}$ .

No estudo do grau de conversão de resinas odontológicas, o interesse pela utilização da espectroscopia no infravermelho próximo se deve à região utilizada para o estudo. No intervalo espectral, em que estão localizadas as bandas de absorção (6165, 4743 e 4623  $\text{cm}^{-1}$ ) utilizadas para o cálculo do grau de conversão, não há absorção de água.

Independente da região espectral que se utiliza, o percentual das ligações duplas de carbono que não reagiram durante a polimerização é obtido pela equação<sup>81</sup>:

$$(\% C = C) = \frac{[Abs(alifáticaC = C) / Abs(aromáticaC = C)]_{polimero}}{[Abs(alifáticaC = C) / Abs(aromáticaC = C)]_{monômero}} \times 100 \quad (7)$$

O grau de conversão (GC) é determinado pela subtração do percentual residual, ou seja,  $GC \% = 1 - (\%C=C)$ .

### 3.4 TRANSIÇÃO VÍTREA

As temperaturas nas quais ocorrem transições de fase constituem um dos fatores que afetam consideravelmente as propriedades dos materiais poliméricos. A transição vítrea é uma transição de segunda ordem, na qual, sob resfriamento, ocorre a transformação de um líquido em um material com características de borracha e, finalmente em um sólido rígido<sup>9</sup>. A temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ) corresponde à temperatura na qual ocorre a mudança do estado com característica borrachóide para o estado rígido e tal transformação também ocorre no sentido inverso, sob aquecimento<sup>10</sup>. Segundo Marinho<sup>9</sup>, a temperatura de transição vítrea está relacionada às regiões amorfas dos polímeros e, a nível molecular, pode ser interpretada em termos de viabilidade de movimento molecular, sendo resultado do rearranjo conformacional em larga escala dos segmentos de cadeias poliméricas. Ainda segundo Canevaloro<sup>91</sup>, a temperatura de transição vítrea corresponde ao valor médio de temperatura a partir do qual o aquecimento de um material polimérico, partindo de uma temperatura muito baixa ( $< 273K$ ) para valores mais altos, permite que os segmentos das cadeias poliméricas da fase amorfa adquiram certa mobilidade, com um expressivo aumento do volume específico.

Assim, a nível molecular, abaixo da temperatura de transição vítrea as cadeias poliméricas não possuem energia interna suficiente para se deslocarem umas em relação às

outras. Com o aumento da temperatura, o espaço que não é ocupado pelas moléculas do polímero, chamado de volume livre, se torna maior. Tal fato possibilita o movimento molecular, ocasionando mudanças conformacionais do polímero, que ocorre na temperatura de transição vítrea. Abaixo da  $T_g$ , a fase amorfa do polímero se encontra no estado vítreo caracterizado por se apresentar duro, rígido e quebradiço<sup>92</sup>.

Considerando a estrutura do polímero, fatores como a presença de ligações cruzadas, as partículas de carga, a natureza e tamanho dos grupos presentes na cadeia podem ocasionar uma restrição na mobilidade da cadeia polimérica e, conseqüentemente influenciar na temperatura de transição vítrea do material. Por exemplo, a presença de uma menor quantidade de ligações cruzadas na cadeia polimérica implicaria em maiores segmentos de cadeia e, portanto, em maior mobilidade segmental em uma baixa temperatura de transição vítrea, ocorrendo o inverso para uma grande densidade de ligações cruzadas<sup>9</sup>.

Min et al.<sup>16</sup>, em seu estudo, analisaram quantitativamente a influência do peso molecular e da densidade de ligações cruzadas na temperatura de transição vítrea de uma resina epóxica (DGEBA/DDS). Eles propuseram um modelo teórico, o qual estabelece haver uma relação direta entre a densidade de ligações cruzadas no material e o valor de temperatura de transição vítrea. Glatz-Reichenbach et al.<sup>92</sup>, demonstraram que o aumento na concentração de um agente de ligação cruzada (DVB) ocasionou um aumento no valor da temperatura de transição vítrea do copolímero (SB).

Ainda em relação à estrutura polimérica, a rigidez da cadeia é controlada pela facilidade com que ocorre a rotação ao redor das ligações químicas ao longo da cadeia. A presença de grupos rígidos tende a influenciar a flexibilidade e liberdade rotacional da cadeia. Grupos do tipo polar, responsáveis por interações intra e intermoleculares, proporcionariam uma menor flexibilidade da cadeia polimérica com um maior valor de  $T_g$ <sup>41</sup>. Da mesma maneira, as partículas de carga na cadeia do polímero tendem a reduzir a mobilidade e

enrijecer a cadeia molecular principal, influenciando na temperatura de transição vítrea do material. Ainda, segundo Canelavoro<sup>89</sup>, em um sistema polimérico polifásico, o qual se aplica às resinas compostas, cada fase constituinte contribui para o comportamento geral do polímero, agindo de maneira individualizada e, normalmente, de modo independente das demais fases. Por exemplo, a presença de uma fase mais rígida tende a aumentar o valor de temperatura de transição vítrea do material, em função do impedimento de movimento imposto por esta fase. De tal modo, a temperatura de transição vítrea pode ser influenciada pela proporção entre as fases constituintes do sistema polifásico. No caso dos compósitos, a proporção entre a fase orgânica e inorgânica tende a interferir na transição vítrea do material. Emami et al.<sup>93</sup>, ao analisarem a temperatura de transição vítrea de resinas odontológicas, evidenciaram que as diferenças no conteúdo inorgânico das resinas avaliadas podem ter influenciado parcialmente nos resultados obtidos.

A temperatura de transição vítrea do material pode ser relacionada com suas propriedades físicas e mecânicas. Ainda, o conhecimento da  $T_g$  dos materiais resinosos aplicados na cavidade oral é importante, uma vez que a  $T_g$  do material curado deve ser maior que as temperaturas máximas encontradas no meio oral<sup>94,95</sup>. Spierings et al.<sup>14</sup> relataram uma temperatura oral mínima de 287K e a mais alta de 329K. Palmer et al.<sup>15</sup> sugeriram uma média de 273K a 340K para a variação de temperatura no meio bucal.

O estudo da temperatura de transição vítrea de resinas odontológicas tem sido freqüentemente realizado por meio de análises térmicas. As análises térmicas são definidas como um grupo de técnicas por meio das quais uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação é medida em função da temperatura, enquanto esta substância é submetida a uma programação controlada de temperatura e sob atmosfera especificada<sup>89</sup>. Para a determinação da  $T_g$ , o DSC (*Differential Scanning Calorimetry* ou calorimetria diferencial exploratória) e o DMA (*Dynamical Mechanical Analysis* ou análise dinâmico mecânica) são

técnicas comumente utilizadas.

O DSC é uma técnica de análise térmica utilizada para medir a temperatura e o fluxo de calor associados com transições em materiais como uma função do tempo e da temperatura. Esta técnica fornece informações qualitativas e quantitativas sobre mudanças físicas e químicas relacionadas com processos exotérmicos ou endotérmicos, ou ainda mudança na capacidade calorífica de materiais. No termograma obtido com o DSC, a  $T_g$  aparece como uma mudança de inclinação na linha base do termograma. A  $T_g$  está associada às regiões amorfas do polímero, sendo relacionada ao movimento molecular das cadeias poliméricas, pelo aumento da capacidade calorífica da amostra durante o aquecimento. Na análise de resinas odontológicas, o DSC também permite avaliar o grau de reticulação e a tendência da resina sofrer pós cura.

O DMA é uma técnica que permite avaliar o comportamento viscoelástico dos materiais poliméricos. A viscoelasticidade é uma característica que os polímeros apresentam de se comportarem como um líquido viscoso e um sólido elástico ao mesmo tempo. A fração elástica da deformação está relacionada com as variações do ângulo e distância de ligação entre os átomos da cadeia polimérica principal e de grupos laterais, e a fração plástica ocorre através do atrito e escoamento entre as moléculas poliméricas.

Neste caso, quando o material polimérico é submetido a deformações, parte da energia aplicada ao sistema é armazenada e parte é dissipada, sendo que o polímero leva um tempo finito para responder a solicitação, com uma defasagem na resposta chamada de amortecimento<sup>10</sup>. Este processo envolverá movimentações moleculares como rearranjos, acomodação e relaxação de segmentos de cadeia e grupos laterais. Neste contexto, a técnica de DMA possibilita avaliar propriedades dinâmico mecânicas do polímero através da aplicação de uma pequena força de oscilação na amostra. Através da curva obtida por DMA, é

possível estabelecer o módulo de armazenamento ( $E'$ ), o módulo de perda ( $E''$ ) e  $\tan \delta$ . O valor de  $T_g$  é fornecido pelo valor máximo do pico de  $\tan \delta$ .

A espectroscopia mecânica utilizando pêndulo de torção invertido é uma técnica que tem sido comumente utilizada para a obtenção de informações sobre o comportamento de solutos em metais. Florêncio et al.<sup>96</sup>, analisaram o processo de relaxação mecânica para a liga Nb-1,09%Zr contendo oxigênio e nitrogênio como solutos intersticiais, por meio de espectroscopia mecânica. Igualmente, Niemeyer et al.<sup>97</sup> avaliaram a liga de Nb-0,3%Ti, contendo oxigênio em solução sólida. Nogueira<sup>98</sup> realizou medidas de atrito interno e frequência como função da temperatura na liga Ti-10Mo para investigar a presença de elementos intersticiais dissolvidos na matriz metálica da liga.

A espectroscopia mecânica é uma técnica de baixa frequência, e fornece dados de atrito interno para o material avaliado<sup>99</sup>. Em pesquisas odontológicas esta técnica ainda tem sido pouco explorada. Todavia, no estudo de materiais poliméricos, a técnica tem sido utilizada a fim de se obter informações sobre a dinâmica do movimento molecular<sup>100,101</sup>. No espectro obtido, uma estrutura de relaxação (pico) está associada à temperatura de transição vítrea, além de fornecer o módulo de elasticidade do material<sup>100</sup>.

### 3.4.1 Espectroscopia Mecânica

A espectroscopia mecânica de pêndulo de torção invertido realiza a medida de atrito interno, o qual representa uma manifestação de anelasticidade exibida pelo material. Deste modo, a obtenção dos dados por meio desta técnica estão baseados no comportamento anelástico do material e no modelo mecânico chamado de *Modelo dos Três Parâmetros*.

A anelasticidade representa o comportamento elástico dependente do tempo. Para um sólido elástico ideal, temos que a deformação elástica é um processo independente do tempo, isto é, uma tensão aplicada produz uma deformação elástica instantânea que permanece constante ao longo do período de tempo em que a tensão é mantida. Ao se liberar a carga, a deformação é totalmente recuperada, ou seja, a deformação retorna imediatamente para zero. De modo geral, para um material anelástico, a deformação elástica irá continuar após a aplicação da tensão, e com a liberação da carga será necessário o transcorrer de um tempo finito para que ocorra a recuperação completa<sup>10</sup>.

A anelasticidade está relacionada aos processos microscópicos e atômicos dependentes do tempo que acompanham o processo de deformação. Alguns materiais poliméricos exibem uma significativa componente anelástica, sendo conhecida por comportamento viscoelástico<sup>10</sup>.

Segundo a lei de Hooke, para um sólido perfeitamente elástico é válida a seguinte equação<sup>10</sup>:

$$\sigma = M\varepsilon \quad (8)$$

ou

$$\varepsilon = J\sigma \quad (9)$$

onde  $M = 1/J$  corresponde ao módulo da elasticidade do material,  $\sigma$  à tensão aplicada,  $\varepsilon$  é a deformação resultante e  $J$  a flexibilidade do material.

Assim sendo, a anelasticidade é o desvio da elasticidade perfeita. Então, para o sólido considerado anelástico existe uma diferença de fase ou atraso do efeito (deformação) em relação à causa (tensão). Portanto, a Lei de Hooke para um sólido anelástico possui o tempo como variável, ou seja, é necessário um certo tempo para o sólido alcançar o equilíbrio. Este auto-ajuste do sistema é chamado de relaxação. Quando a variável externa é mecânica

(tensão ou deformação) denomina-se relaxação anelástica<sup>98</sup>. Neste caso, a Lei de Hooke é expressa como<sup>98</sup>:

$$\sigma = M^* \varepsilon \quad (10)$$

ou

$$\varepsilon = J^* \sigma \quad (11)$$

onde  $M^*$  e  $J^*$  são parâmetros complexos.

No caso do pêndulo de torção, a deformação em qualquer ponto pode ser expressa com um único parâmetro, o deslocamento angular do membro de inércia. O torque que atua na amostra é responsável por esse deslocamento. Para um sólido elástico ideal,  $\zeta = G \Theta$ , onde  $G$  é o módulo torsional da amostra,  $\zeta$  o torque que atua na amostra e  $\Theta$  o deslocamento angular. Para um sólido anelástico,  $G$  é complexo e expresso na seguinte equação<sup>98</sup>:

$$\zeta = G^* \Theta = G_0 (1 + i \operatorname{tg} \phi) \Theta \quad (12)$$

O método usual para se obter informações a respeito da resposta anelástica dinâmica envolve a medida do decaimento ou amortecimento de vibrações livres do sistema, o qual após um torque inicial é isolado de forças externas. A quantidade adimensional  $\delta$ , denominada *decremento logarítmico*, representa o logaritmo natural da razão das amplitudes entre duas vibrações sucessivas, sendo obtida pela equação<sup>99</sup>:

$$\delta = \frac{1}{N} \ln \left( \frac{A_1}{A_2} \right) \quad (13)$$

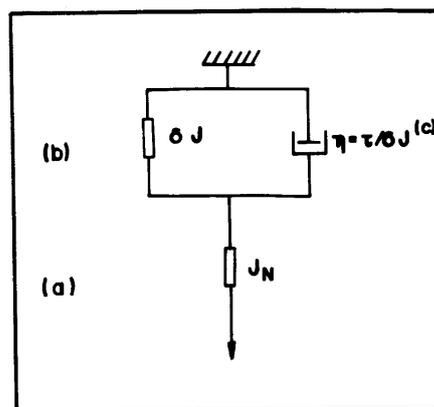
De modo que o atrito interno pode ser determinado pela seguinte equação<sup>99</sup>:

$$Q^{-1} = \operatorname{tg} \phi \approx \phi (\delta / \pi) = \frac{1}{N\pi} \ln \left( \frac{A_1}{A_2} \right) \quad (14)$$

onde  $Q^{-1}$  é o atrito interno da amostra;  $\delta$  o decremento logarítmico;  $A_1$  e  $A_2$  são duas oscilações;  $N$  o período de separação de  $A_1$  e  $A_2$ .

O modelo mecânico conhecido por *Modelo dos Três Parâmetros* é utilizado para descrever o comportamento de um sólido anelástico com um único processo de relaxação. Este modelo consiste de uma ‘unidade de Voigt’, composta de uma mola (b) associada em paralelo com um amortecedor (c), associada em série com outra mola (a), conforme ilustrado na Figura 7. Quando uma tensão uniforme  $\sigma_0$  é aplicada em  $t=0$ , a mola (a) deforma-se instantaneamente e a unidade de Voigt (b) leva um certo tempo para deformar-se, com a flexibilidade ( $\delta J$ ) indo de um valor não-relaxado  $J_n$  até um valor relaxado  $J_r$ , de tal forma que  $\delta J = (J_r - J_n)$ . Eliminando a tensão  $\sigma_0$ , a mola volta à posição inicial imediatamente e a unidade de Voigt leva um tempo para voltar à posição inicial, caracterizando o comportamento de um sólido anelástico ideal. Então, para o sólido anelástico com um único processo de relaxação, tem-se a equação abaixo<sup>98</sup>:

$$J(t) = J_n + \delta J (1 - \exp(-t / \tau)) \quad (15)$$



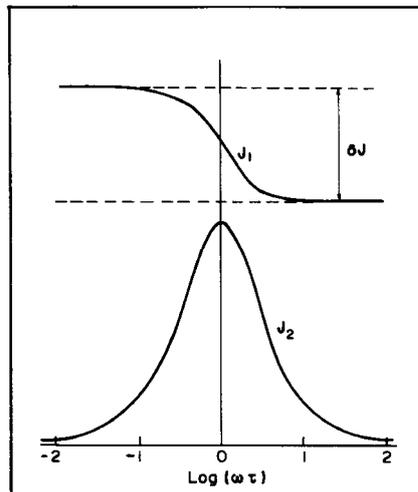
**Figura 7** - Modelo dos três parâmetros.

Para o material anelástico, são válidas as equações de Debye<sup>101</sup>:

$$J_1 = J_U + \frac{\delta J}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (16)$$

$$J_2 = \delta J \frac{\omega\tau}{1 + (\omega\tau)^2} \quad (17)$$

As equações de Debye estão representadas na Figura 8. As curvas do tipo Debye podem ser obtidas variando-se a temperatura, e mantendo fixa a frequência do sistema.



**Figura 8** - Comparação de  $J_1(\omega)$  e  $J_2(\omega)$  como função de  $\log(\omega t)$  para um único processo de relaxação.

A razão entre as duas equações de Debye supracitadas determinam a  $\tan \delta$ <sup>101</sup>:

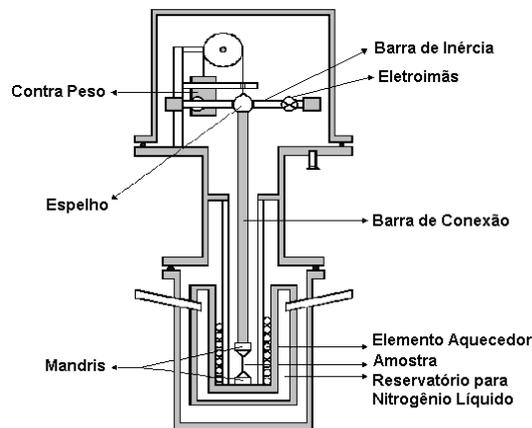
$$\tan \delta = \frac{J_2}{J_1} \quad (18)$$

O pico, ou estrutura de relaxação, observado na curva de  $\tan \delta$  em função da temperatura está relacionado com a temperatura de transição vítrea do material<sup>100,101</sup>.

A espectroscopia mecânica permite determinar o módulo de elasticidade relacionado com a frequência de oscilação<sup>101</sup>. Ainda, microscopicamente, o atrito interno

pode ser considerado como o resultado da interação entre as distorções locais e vibrações externas aplicadas.

O esquema do pêndulo de torção propriamente dito é representado na Figura 9. Na espectroscopia mecânica utilizando o pêndulo de torção invertido, a massa de inércia que determina essencialmente a frequência de oscilação está situada acima da amostra e suspensa por um fio com momento de inércia desprezível.



**Figura 9:** Diagrama de corte do Pêndulo de Torção.

Para a realização de medidas, a amostra é colocada na parte inferior do pêndulo, dentro do sistema criogênico, estando presa por dois mandris. Na parte superior do pêndulo, dois eletroímãs estão localizados na barra de inércia presa à haste central do pêndulo. Os eletroímãs são acionados por uma fonte externa, tirando o sistema de seu estado de equilíbrio, de modo a fazê-lo oscilar.

Após um torque inicial (vibração forçada), a amostra é colocada a vibrar em seu modo fundamental (vibrações livres), ocorrendo a dissipação de energia sob a forma de calor, devido à existência de atrito interno. Como descrito anteriormente, esta dissipação de energia por ciclo é medida através do decremento logarítmico da amplitude das oscilações livres do pêndulo de torção, que é, a menos de uma constante, o próprio atrito interno da amostra,  $Q^{-1}$ .

Os dados relativos ao amortecimento da amplitude de oscilação são coletados automaticamente, utilizando-se um feixe de laser refletido por um espelho colocado sobre o eixo do pêndulo, o qual atinge dois fotodiodos conectados através de uma interface a um microcomputador. Desta forma, é possível a obtenção de dados a cada dois graus de variação da temperatura. A temperatura é medida por um termopar de cobre-constantan com referência no gelo. Para variar a temperatura da amostra é utilizado um forno de resistência cuja potência é ajustada através de um autotransformador regulável.

O movimento do pêndulo é caracterizado como o movimento de um oscilador harmônico amortecido e, em torno da posição de equilíbrio, a velocidade instantânea do feixe é muito próxima da sua velocidade média. Portanto, conhecendo-se a distância entre os dois fotodiodos e determinando o tempo que o feixe leva para ir de um fotodiodo a outro, pode-se calcular a velocidade média do feixe e, como consequência, sua velocidade instantânea máxima. A velocidade instantânea máxima do feixe está relacionada com a amplitude de oscilação do pêndulo. Assim, a razão entre as amplitudes está na mesma razão direta das velocidades instantâneas máximas.

Com a finalidade de evitar a contaminação da amostra e dos dados pela difusão dos elementos que constituem o ar ambiente, as medidas são efetuadas em vácuo ( $10^{-5}$  mBar), o qual é obtido através de um sistema composto por uma bomba mecânica e uma bomba difusora.

## **4 MATERIAL E MÉTODO**

### **4.1 ENSAIO MECÂNICO DE CISALHAMENTO**

#### **Dentes**

Para a realização deste experimento foram utilizados trezentos dentes pré-molares humanos superiores e inferiores. Os dentes foram examinados com lupa estereoscópica comercial de forma a selecionar dentes íntegros, com o cuidado para não haver quaisquer tipos de imperfeições, ranhuras, desmineralizações ou fraturas, com comprometimento da face vestibular que pudesse afetar a colagem ortodôntica. Os dentes foram fornecidos pelo Centro Odontológico de Ilha Solteira - SP - Brasil. O projeto desta pesquisa foi submetido ao Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia de Araçatuba – CEP/UNESP, Processo nº 2009/01161.

#### **Bráquetes**

Para todos os dentes, foram utilizados bráquetes metálicos específicos para pré-molares, com malha de retenção nas bases, do tipo edgewise (referência 10.30.208, Dental Morelli - Sorocaba - SP - Brasil).

#### **Materiais para colagem**

Neste estudo foram avaliadas três resinas compostas fotopolimerizáveis, sendo elas: Fill Magic Ortodôntico, Ortho Lite Cure e Transbond XT, todas indicadas para a colagem de acessórios ortodônticos. A composição química dos materiais mediante informações dos respectivos fabricantes são apresentadas na Tabela 1.

Segundo Pascotto<sup>102</sup>, a resina Transbond XT é classificada como híbrida. Em alguns estudos, segundo os autores, a resina Transbond XT apresenta em sua composição Bis-GMA, Bis-EMA, e micropartículas de quartzo (80% de carga)<sup>74,103</sup>.

As resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure, segundo os fabricantes, são resinas liberadoras de flúor. Já para a resina Transbond XT, as informações são de que esta não libera nem acumula flúor.

**Tabela 1:** Características dos materiais avaliados.

<b>Material</b>	<b>Fabricante</b>	<b>Composição Química</b>
Fill Magic Ortodôntico	Vigodent (Rio de Janeiro - RJ - Brasil)	Bis-GMA, ácido de éster metacrílico e vidro de flúor silicato.
Ortho Lite Cure	Orthosource (Hollywood – Califórnia - EUA)	Bis-GMA, TEGDMA, vidro e sílica.
Transbond XT	3M Unitek (Monrovia - Califórnia - EUA)	Bis-GMA, n-dimetilbenzocaína, hexa-flúor fostato, silano e sílica.

O uso da resina Ortho Lite Cure, segundo o fabricante, deve ser associado ao uso do primer Ortho Lite Cure. O primer Ortho Lite Cure, é uma resina fluida que contém TEGDMA e Bis-GMA, sendo aplicado na superfície dentária previamente à colagem do bráquete. Do mesmo modo, o fabricante da Transbond XT indica a aplicação prévia do primer Transbond XT, que apresenta em sua composição TEGDMA e Bis-GMA. O fabricante da resina Fill Magic Ortodôntico indica que não há necessidade de aplicação prévia de primer, e deixa a critério do profissional a aplicação ou não de primer previamente ao uso da resina Fill Magic Ortodôntico.

Quanto à quantidade e tamanho das partículas de carga, estes não são especificados pelos fabricantes das resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure. Segundo informações do fabricante, a resina Transbond XT apresenta partículas de quartzo (70-80% em massa) e sílica (>2% em massa). Neste estudo, com a finalidade de se obter maiores informações sobre as características dos materiais, foi determinada a quantidade de porção inorgânica presente nos materiais, de acordo com a metodologia descrita no item 4.1.1.

### **Limpeza e armazenagem dos dentes**

Após as exodontias, as superfícies radiculares dos dentes foram limpas com o auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15. Os dentes foram lavados e armazenados em recipiente plástico com água destilada resfriada, a qual foi trocada semanalmente, até o momento do preparo das amostras.

Previamente à colagem dos bráquetes, os dentes foram lavados com água destilada e armazenados em solução de formalina a 10% a temperatura ambiente por 48 horas, para a desinfecção conforme indicação da Norma ISO/TR 11405<sup>76</sup>.

### **Condicionamento ácido do esmalte**

Para a colagem dos bráquetes, os dentes foram submetidos a um tratamento prévio, consistindo primeiramente na profilaxia das superfícies vestibulares com pedra-pomes (S.S.White - Rio de Janeiro - RJ - Brasil) de granulação fina e água, com o auxílio de uma escova do tipo Robinson, por 15 s aproximadamente, seguida de lavagem e secagem pelo mesmo tempo com seringa tríplice (Gnatus - Ribeirão Preto - SP - Brasil). Foi realizado o condicionamento ácido da superfície vestibular de cada dente, numa área correspondente ao tamanho da base do bráquete, com ácido fosfórico (FGM - Joinville - PR - Brasil), na forma de gel numa concentração de 37%, durante 30 s. Logo após, o esmalte foi lavado com jato de água por 15s e seco pelo mesmo tempo, usando a seringa tríplice. Houve a verificação da superfície tratada para a confirmação da característica esbranquiçada e opaca do esmalte, verificando a qualidade do condicionamento ácido.

### **Colagem dos acessórios**

O processo de colagem foi realizado após o condicionamento ácido do esmalte. Os dentes foram divididos aleatoriamente em dez grupos contendo trinta dentes cada (dez

dentos para cada resina). Para a fotopolimerização de cada material foram utilizadas duas marcas comerciais de aparelhos tipo LED: o aparelho Free Light II Elipar, o qual chamaremos de F1 e o aparelho LDIII, o qual chamaremos de F2. As características de cada fonte de luz são apresentadas na Tabela 2.

**Tabela 2:** Características dos aparelhos fotopolimerizadores utilizados.

Fonte de Luz	Fabricante	Diâmetro da ponteira (cm)	Potência (mW)	Densidade de potência (mW/cm <sup>2</sup> )	
Free Light II Elipar	3M ESPE (Seelfeld – Alemanha)	0,8	44	232*	1000**
LDIII	Gnatus (Ribeirão Preto - SP - Brasil)	0,8	26	52*	450**

\* Valores medidos neste estudo.

\*\* Valores fornecidos pelos fabricantes.

As densidades de potência apresentadas na Tabela 2 foram obtidas em um medidor de potência modelo 13PEM001 (Melles Griot - Albuquerque - NM - EUA).

Para F1, foi utilizado somente um tempo de exposição de 40s, pelo fato do equipamento fornecer densidade de potência mínima sugerida por Rueggerberg et al.<sup>66</sup> Para F2, devido a menor densidade de potência, foram utilizados tempos de exposição de 40, 60, 90, e 120s. Para cada tempo de exposição, dois grupos foram colados para cada material, sendo um deles submetido a ciclos térmicos antes do ensaio de cisalhamento. A Tabela 3 apresenta os grupos para as três resinas, em função do tratamento térmico realizado, da fonte de luz e do tempo de exposição.

**Tabela 3:** Distribuição dos grupos em função do tratamento térmico, fonte de luz e tempo de exposição para o ensaio mecânico de cisalhamento.

Resinas	Grupos	Tratamento	Fonte de Luz	Tempo (s)
Fill Magic Ortho Lite Transbond	I	ST	F1	40
	II	CT		
	III	ST	F2	40
	IV	CT		
	V	ST	F2	60
	VI	CT		
	VII	ST	F2	90
	VIII	CT		
	IX	ST	F2	120
	X	CT		

ST = Sem tratamento; CT = Com tratamento.

Nos grupos cujos bráquetes foram colados com o Fill Magic Ortodôntico, a resina foi aplicada na base do bráquete e não houve a aplicação prévia de resina fluida (primer) na superfície dental. Para a colagem do bráquete, o dente foi apreendido manualmente. O bráquete foi posicionado na superfície vestibular utilizando-se uma pinça posicionadora ortodôntica (referência 75.01.22, Dental Morelli - Sorocaba - SP - Brasil) com pressão manual suficiente para adaptá-lo e proporcionar o escoamento do excesso de resina, o qual foi removido com auxílio de sonda exploradora Duflex (referência 11.510, SSWhite - Rio de Janeiro - RJ - Brasil), sendo então realizada a fotopolimerização da resina. Para o posicionamento do bráquete foram observados os seguintes fatores: a distância de 4 mm do slot<sup>b</sup> do bráquete em relação à face oclusal, a qual é uma medida padrão para o posicionamento de bráquetes em pré-molares, utilizando-se um posicionador de bráquetes (referência 75.01.006, Dental Morelli - Sorocaba - SP - Brasil), a boa adaptação da superfície côncava do bráquete à superfície convexa do dente e o paralelismo entre a base do bráquete e a superfície vestibular, de modo que o posicionamento fosse realizado com íntimo contato entre o bráquete e a superfície dental. Para o tempo de exposição de 40s, cada lado do bráquete foi fotopolimerizado por 10s. No tempo de exposição de 120s, cada lado do bráquete foi fotopolimerizado por 30s. Para o tempo de 60s, os lados proximais foram

<sup>b</sup> Canaleta onde se adapta o fio ortodôntico.

fotopolimerizados por 20s e os dois outros por 10s. No tempo de 90s, os lados proximais foram fotopolimerizados por 30s, o lado oclusal por 20s, e o lado gengival por 10s.

Nos grupos cujos bráquetes metálicos foram colados com a resina Ortho Lite Cure, houve a aplicação prévia de primer Ortho Lite na face do dente, conforme recomendação do fabricante, sendo a resina aplicada na base do bráquete, e a fotopolimerização foi feita da mesma forma que para a resina anterior.

Nos grupos de bráquetes metálicos colados com a resina fotopolimerizável Transbond XT, foi realizado a aplicação prévia do primer Transbond XT na face do dente conforme recomendação do fabricante, sendo a resina aplicada na base do bráquete e, após seu posicionamento, a polimerização foi realizada da mesma forma que para as anteriores.

### **Preparo dos corpos de prova**

Após a colagem dos bráquetes ortodônticos, os dentes tiveram suas raízes incluídas em uma forma cilíndrica de PVC com dimensões de 2,5 cm de diâmetro e 2,0 cm de altura, que foi preenchida com resina acrílica auto polimerizante JET (Clássico - São Paulo - SP - Brasil). Para a inclusão dos dentes, foi desenvolvido em laboratório\* um dispositivo (Figura 10), com um encaixe que se adaptava perfeitamente ao bráquete, funcionando como guia, a fim de manter o paralelismo da superfície vestibular com o longo eixo de inclusão do dente. Tal procedimento visou assegurar o paralelismo entre a linha de aplicação da força e a superfície de colagem.

Posteriormente à polimerização da resina acrílica, os grupos sem tratamento térmico foram armazenados em uma câmara, protegidos da luz, à temperatura de  $310\text{K} \pm 1$ , por 48 horas e após este período, foi realizado o ensaio de cisalhamento.

---

\* Laboratório de Criogenia - Departamento de Física e Química - Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP.



**Figura 10:** Dispositivo utilizado para a inclusão dos dentes.

Os grupos que receberam tratamento térmico prévio foram armazenados do mesmo modo na câmara por 48 horas e, posteriormente foram submetidos a termociclagem antes do teste de cisalhamento.

### **Termociclagem**

O meio bucal é caracterizado pela grande umidade, variações de pH, presença de microorganismos, variações de temperatura e outros fatores que influenciam no desempenho clínico dos materiais dentários. Estudos demonstraram que valores extremos de temperatura são encontrados durante a ingestão de bebidas frias e quentes<sup>14,15</sup>. A termociclagem é um processo *in vitro* capaz de reproduzir as variações de temperatura que comumente ocorrem na cavidade bucal. Os ciclos térmicos, realizados em máquina de ensaio, são caracterizados pela variação de temperatura e imersão dos corpos de prova em meio úmido, simulando choques térmicos, como àqueles ocorridos na cavidade oral com a ingestão de alimentos quentes e frios.

Para a realização da termociclagem, embora alguns parâmetros tenham sido especificados pela Norma ISO/TR11405<sup>76</sup>, pode-se encontrar uma grande variedade na realização dos procedimentos de ciclos térmicos. Pesquisas utilizam temperaturas de 277K em

conjunto com 33K, outras 288K com 318K, enquanto outros pesquisadores utilizam ciclos com 278K e 328K<sup>104</sup>. Quanto aos tempos utilizados para imersão nas soluções quente e fria, estes variam entre 10 e 120s, e menores tempos de imersão tendem a reproduzir mais fielmente o que ocorre clinicamente. Quanto ao número de ciclos empregados, estes variam de 1 a 2500, chegando até a 50.000 repetições<sup>105</sup>.

Em se tratando de materiais para colagem ortodôntica, a influência das variações de temperatura e do meio úmido na qualidade de adesão têm sido de grande interesse para estudos laboratoriais<sup>105,106</sup>. Posteriormente à termociclagem, a realização de ensaios mecânicos de resistência permitem verificar a influência de tais variações na propriedade de aderência dos materiais utilizados para colagem ortodôntica.

Neste estudo, os grupos (CT) foram submetidos a termociclagem durante três dias. Cada ciclo foi realizado com a imersão das amostras em cubetas com água à temperatura de 310K, passando para a de temperatura à 278K, retornando à 310K, e passando pela de temperatura à 333K, com um tempo de imersão de 15s em cada cubeta e umidade 100%. Este processo foi realizado durante uma hora, com aproximadamente 42 ciclos/hora, com uma pausa de três horas, na temperatura de 310K; após cada pausa o processo se repetiu perfazendo um total de aproximadamente 504 ciclos. Esta metodologia foi orientada segundo a termociclagem realizada no estudo de Francisconi et al.<sup>105</sup>, diferindo somente no número de ciclos. A termociclagem foi realizada desta maneira com a finalidade de simular as refeições diárias e o intervalo entre as mesmas. A termociclagem foi realizada em uma máquina de simulação de ciclos térmicos modelo MSCT-3 (Marcelo Nucci ME - São Carlos - SP - Brasil) (Figura 11), no Laboratório de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais, do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - USP. Após a ciclagem térmica, os grupos foram submetidos ao ensaio de cisalhamento.



**Figura 11:** Máquina para simulação de ciclos térmicos.

### **Ensaio de Cisalhamento**

Todos os grupos foram submetidos ao ensaio mecânico de cisalhamento em uma máquina de ensaios universal modelo DL2000 (EMIC - São José dos Pinhais - PR - Brasil) (Figura 11a) no Laboratório de Pesquisa em Biocompatibilidade de Materiais, do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - USP, com célula de carga de até 50 Kgf e velocidade de carga de 0,5 mm/min. A carga foi mantida até a ruptura da união do sistema dente-resina-bráquete, utilizando-se um cinzel (Figura 11c) desenvolvido para a pesquisa e que se adaptava aos acessórios utilizados. O ensaio foi executado segundo os critérios especificados na Norma ISO/TR11405 (ISO, 1994). A força de ruptura por cisalhamento foi registrada em valores de Kgf. Em seguida calculou-se o valor da resistência ao cisalhamento em  $\text{Kgf/mm}^2$ , através da equação (1), sendo a área do bráquete utilizado correspondente a  $13,68 \text{ mm}^2$  (valor fornecido pelo fabricante). Por fim, os valores obtidos foram convertidos em MPa.



**Figura 12:** (a) Máquina de ensaios de cisalhamento, (b) corpo de prova, (c) adaptação do cinzel ao bráquete.

#### 4.1.1 Determinação do teor inorgânico presente nas resinas.

A determinação do conteúdo inorgânico foi realizada pela combustão dos componentes orgânicos. Primeiramente, foram preparados discos das resinas utilizando um anel de alumínio de 3 mm de espessura e 9,5 mm de diâmetro. Para isto, o anel foi colocado sobre uma lâmina de vidro apoiada em uma placa de vidro revestida por um plástico preto. Após o preenchimento com a resina, para uniformização foi utilizada uma tira de poliéster e outra lâmina de vidro sobre o anel, comprimindo-o manualmente com outra placa de vidro. Posteriormente, a lâmina foi removida e a resina fotopolimerizada por 40 s. Em seguida, os discos foram armazenados em ambiente escuro por 48 horas. Após este período, os discos foram submetidos ao desgaste em uma furadeira fresadora prismática modelo SSTC-35 (Cardoso LTDA - Limeira - SP - Brasil), utilizando-se uma fresa (OSG - Bragança Paulista - SP - Brasil), com topo de metal duro e haste cilíndrica de dois cortes, com 4 mm de diâmetro. Para o controle do desgaste foi usado um micrômetro analógico (Mitutoyo - Ribeirão Pires - SP - Brasil) (sensibilidade 0,01 mm), de modo que as superfícies irradiadas foram desgastadas de maneira uniforme sem exceder dois milímetros. Para cada resina, foram obtidas duas amostras de 20 mg na forma de pó.

Após a obtenção do pó, o mesmo foi colocado em um cadinho de platina, cuja massa foi previamente medida em uma balança modelo AY 220 (Shimadzu - São Paulo - SP - Brasil) (precisão 0,1 mg) e o conjunto foi colocado em um dessecador marca Schott (Pró-Análise - Cotia - SP - Brasil) por duas horas. Transcorrido este período, a massa do conjunto foi medida e o mesmo foi levado ao interior de um forno elétrico modelo Edgcon 3P (EDG - São Carlos - SP - Brasil). A seguir, o conjunto foi aquecido a uma taxa de 5 K/min até atingir a temperatura de 673K, permanecendo nesta temperatura por 12 horas.

Após o resfriamento do forno, o conjunto foi retirado e levado novamente ao

dessecador por duas horas, e após este período, a massa do conjunto foi medida novamente. O tratamento térmico provocou a queima do conteúdo orgânico presente no material, sendo a massa final correspondente ao seu conteúdo inorgânico. O cálculo do teor percentual de resíduo inorgânico foi realizado através da divisão entre a massa remanescente no cadinho e a massa inicial multiplicado por 100. Os resultados são apresentados no item 5.1.

## 4.2 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

### Preparo das amostras

Para o ensaio de Microdureza Vickers, as amostras das três resinas Fill Magic Ortodôntico, Ortho Lite Cure e Transbond XT foram confeccionadas em molde de latão com dimensões de 6,5mm de diâmetro interno e 0,5 mm de espessura (Figura 13). No preenchimento, a resina a ser avaliada foi dispensada em incremento único no molde apoiado em placa de vidro e, sobre o conjunto colocou-se uma tira de poliéster e outra placa de vidro. Para uniformização da espessura e obtenção de uma superfície plana e regular, o arranjo (placa de vidro/molde preenchido/filme de poliéster/placa de vidro) foi submetido à aplicação de um peso de 5 Kgf durante 10s. Em seguida, a placa de vidro foi retirada, e a fotopolimerização foi realizada colocando-se a ponteira do aparelho em contato com a tira de poliéster.



**Figura 13:** Molde para preparo da amostra.

Para a fotopolimerização foram utilizadas as fontes de luz (F1 e F2), sendo que para a fonte F1, as amostras foram fotopolimerizadas por 40s. Para a fonte F2, as amostras foram fotoativadas por 40s e 120s, adotados como tempos extremos de fotopolimerização neste estudo. As amostras para as três resinas foram divididas em seis grupos contendo quinze amostras cada (cinco amostras para cada resina), totalizando trinta amostras para cada resina. Os grupos foram distribuídos segundo o meio de armazenamento, a seco(S) e na água (A), a fonte de luz e o tempo de exposição, conforme apresentado na Tabela 4. As amostras foram armazenadas a seco e na água com a finalidade de avaliar a influência da umidade na propriedade de dureza.

**Tabela 4:** Distribuição dos grupos segundo meio de armazenamento, fonte de luz e tempo de exposição, para o ensaio de microdureza.

Resinas	Grupos	Meio de armazenamento	Fonte de Luz	Tempo (s)
Fill Magic Ortho Lite Transbond	1	S	F1	40
	2	A		
	3	S	F2	40
	4	A		
	5	S	F2	120
	6	A		

Após a confecção, as amostras foram fixadas com cera em um cilindro metálico, tomando-se os devidos cuidados a fim de se manter uma superfície plana da amostra e assegurar o perpendicularismo entre a superfície e o penetrador.

### **Ensaio de Microdureza**

As medidas de dureza foram realizadas em um micrôdurometro modelo HMV 2000 (Shimadzu - Tokyo - Japão), equipado com penetrador para teste de microdureza Vickers, utilizando carga de 490,3 mN por 15s. As medidas neste equipamento foram realizadas no Laboratório de Vidros e Cerâmicas, do Departamento de Física e Química, na Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP. As medidas foram feitas na superfície

irradiada (face voltada à fonte de luz), imediatamente após a polimerização. Foram realizadas 15 identificações em cada amostra, sendo distribuídas de forma padronizada em posições diferentes na superfície. Posteriormente, todas as amostras foram armazenadas em câmara, protegidas da luz, a temperatura de  $310\text{K} \pm 1$ . Após sete dias, as amostras foram submetidas a novas medidas de dureza. Para todas as amostras, obteve-se a média das leituras realizadas na superfície irradiada.

### 4.3 GRAU DE CONVERSÃO

#### Preparo das amostras

Foram preparadas cinco amostras para cada resina avaliada, segundo o tempo de exposição e a fonte de luz (F1 e F2). O tempo de exposição de 40 s foi utilizado para as duas fontes de luz e, para F2, foi também aplicado o tempo de exposição de 120 s, do mesmo modo que para a análise da dureza.

Para permitir uma análise de GC com as medidas de temperatura de transição vítrea, foram preparadas amostras com espessura da ordem da metade daquela utilizada no estudo de  $T_g$  (4 mm). Isto porque, as amostras preparadas para medidas de  $T_g$  foram irradiadas através de dois lados opostos. Para tanto, cada amostra foi constituída por seis filmes de resina de aproximadamente 0,4 mm de espessura. Cada filme foi confeccionado utilizando-se uma lâmina de vidro, forrada com uma tira de celofane, sobre a qual foi colocado um espaçador onde a resina foi dispensada, e sobre ela outra fita de celofane e uma lâmina de vidro (Figura 14). Seis conjuntos destes foram dispostos um sobre o outro entre duas placas de vidro; o conjunto formado foi submetido a um peso de 5 Kg durante 10s. Em seguida, foram removidas as lâminas de vidro internas, permanecendo somente a lâmina dos

extremos do conjunto, sendo então realizada a fotopolimerização. A placa de vidro sobre a qual foram apoiados os filmes foi forrada com plástico preto. As amostras confeccionadas desta forma permitiram estudar o grau de conversão em profundidade de 2 mm. As medidas de grau de conversão foram realizadas imediatamente após a polimerização e após 24 horas, 48 horas e sete dias.

Todas as amostras confeccionadas para medidas de GC foram armazenadas em local escuro à temperatura ambiente.

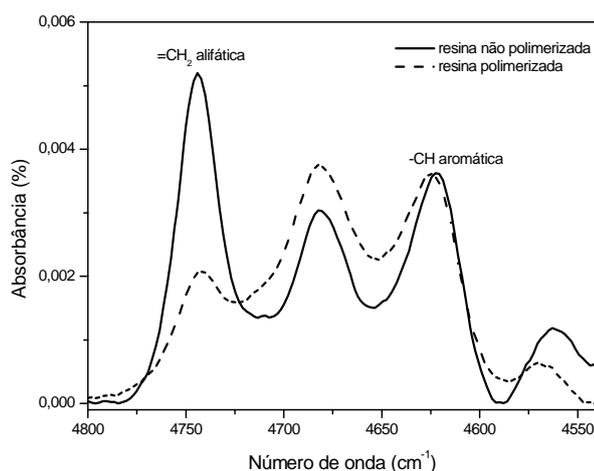


**Figura 14:** Amostra para estudo de GC.

### **Determinação do Grau de Conversão**

Os espectros de absorção no infravermelho foram obtidos num espectrômetro Nexus 670 FTIR (Nicolet – Madison – EUA) pelo método de transmissão, no intervalo de frequência entre  $4.500\text{ cm}^{-1}$  e  $5.000\text{ cm}^{-1}$ , usando uma resolução de  $4\text{ cm}^{-1}$  e 128 varreduras para cada espectro. As medidas foram realizadas no Laboratório de Espectroscopia no Infravermelho, do Departamento de Física e Química, na Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira - UNESP.

Para a determinação do grau de conversão (Equação 7) foram utilizadas as bandas de absorção  $\text{R}=\text{CH}_2$  alifática localizada em  $2915\text{ cm}^{-1}$ , e a banda  $\text{R}=\text{CH}_2$  aromática, localizada em  $3060\text{ cm}^{-1}$ , conforme representado na Figura 15.



**Figura 15:** Espectros de absorção da resina composta para determinação do GC. A linha contínua representa o espectro da resina não polimerizada e a linha tracejada da resina polimerizada.

#### 4.4 TRANSIÇÃO VÍTREA

##### Preparo das amostras

As amostras das resinas Fill Magic Ortodôntico, Ortho Lite Cure e Transbond XT foram preparadas utilizando-se um molde de latão de dimensões 40x4x4mm (Figura 16). Após preenchimento do molde com a resina a ser avaliada, uma tira de poliéster e uma placa de vidro foram utilizadas para uniformização da amostra, comprimindo manualmente a placa de vidro. Posteriormente, a placa foi removida para submeter a amostra à radiação de luz. Dois lados opostos da secção 4x4mm foram irradiados. As amostras para cada resina foram obtidas utilizando os diferentes tempos de polimerização e as duas fontes de luz. Para a fonte F1, as amostras foram fotoativadas por 40s e para a fonte F2, foram utilizados os tempos de 40, 60, 90 e 120s. Para cada tempo de exposição, duas amostras foram preparadas, sendo uma de cada tempo submetida a termociclagem de maneira idêntica àquela realizada previamente ao ensaio mecânico de cisalhamento, descrita anteriormente. As amostras foram armazenadas

em câmara, ao abrigo da luz, a temperatura de  $(310 \pm 1)$  K, por 48 horas. Após este período, para as amostras sem tratamento térmico foram realizadas as medidas de  $T_g$ . As amostras que receberam tratamento térmico foram armazenadas do mesmo modo na câmara por 48 horas e, posteriormente foram submetidas à termociclagem antes da determinação da  $T_g$ .



**Figura 16:** Molde para preparo da amostra.

### **Determinação da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ )**

A determinação da temperatura de transição vítrea ( $T_g$ ), utilizando-se a espectroscopia mecânica, foi realizada em um pêndulo de torção invertido, por meio de medidas de atrito interno, operando na faixa de temperatura entre 100K e 500K, com uma frequência de oscilação variando entre 1,4 e 9,4 Hz. A taxa de aquecimento foi de aproximadamente 1,0 K/min, em um vácuo próximo de  $10^{-6}$  mBar. Para a obtenção de medidas de atrito interno, após um torque inicial (vibração forçada), a amostra foi colocada a vibrar em seu estado fundamental (vibrações livres). A dissipação de energia por ciclo foi medida através do decremento logarítmico, conforme a equação (13) descrita anteriormente.

Os dados relativos ao amortecimento da amplitude de oscilação foram coletados automaticamente, como apresentado anteriormente no item 2.4.1, e armazenados em um microcomputador. As medidas de temperatura de transição vítrea foram realizadas no Laboratório de Relaxações Anelásticas, do Departamento de Física, na Faculdade de Ciências de Bauru – UNESP.

## 5 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Os resultados de resistência ao cisalhamento, dureza e grau de conversão foram submetidos à análise de Variância (ANOVA) num esquema fatorial de 2 fatores. Primeiramente foram analisados os fatores fonte (F1 e F2) e resina (Fill Magic Ortodôntico, Ortho Lite Cure e Transbond XT) e suas interações. Nesta condição, as duas fontes foram analisadas considerando o tempo de exposição de 40s. Ainda, foram analisados os fatores fonte e resina considerando a fonte F1 com tempo de exposição de 40s e a fonte F2 para o tempo de 120s. Para as três propriedades, foram analisados os fatores resina e tempo de exposição e suas interações, para a fotopolimerização com a fonte F2. Para a comparação entre os níveis de fatores utilizou-se o teste de Tukey com significância de 5%.

Para os resultados de cisalhamento também foram analisadas as duas condições avaliadas: sem termociclagem (ST) e com termociclagem (CT). Da mesma forma, para os resultados de dureza foram considerados para análise os dois meios de armazenamento: seco(S) e água (A). O comportamento conjunto das variáveis, resistência ao cisalhamento, dureza e grau de conversão também foram observados.

Todas as variáveis aferidas neste estudo foram analisadas com o auxílio do programa AgroEstat. A análise estatística foi realizada pelo Prof. Dr. José Carlos Barbosa, do Departamento de Ciências Exatas, na Faculdade de Ciências Agrárias e Veterinárias de Jaboticabal – UNESP.

## 6 RESULTADOS E DISCUSSÃO

### 6.1 ENSAIO MECÂNICO DE CISALHAMENTO

O Anexo I apresenta todos os valores de resistência ao cisalhamento obtidos para cada resina avaliada. A análise estatística dos resultados de resistência ao cisalhamento ST e CT obtidos de acordo com o delineamento inteiramente casualizado, com 6 tratamentos e 10 repetições, no experimento fatorial 2 x 3 (2 fontes e 3 resinas) para o tempo de exposição de 40s, estão listados na Tabela 5.

**Tabela 5:** Análise da interação Fonte x Resina, estudando os efeitos fonte e resina para a variável Cisalhamento.

Fonte/Resina	Cisalhamento (MPa)	
	ST	CT
F1 - 40s	15,52 a	15,45 a
F2 - 40s	11,62 b	13,96 a
<b>Fonte Teste F</b>	15,32 **	3,10 <sup>NS</sup>
Fill Magic	9,59 A	14,11 A
Ortho Lite	14,29 B	13,19 A
Transbond	16,82 B	16,82 B
<b>Resina Teste F</b>	18,08 **	6,69 **
<b>Interação Fonte x Resina</b>	2,98 <sup>NS</sup>	11,07 **
<b>CV</b>	28,44	22,22

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

Com relação à fonte, independente das resinas, a diferença nos resultados obtidos foi significativa somente para a resistência ao cisalhamento sem termociclagem. Ainda, podemos observar que maiores valores médios de resistência ao cisalhamento sem e com

termociclagem foram obtidos com a fonte F1 (40s) quando comparados aos obtidos para a fonte F2 (40s).

O teste F foi significativo para o efeito resina, indicando que existe diferença significativa entre os três materiais em relação à resistência ao cisalhamento, independente da fonte e do tratamento térmico realizado. Com relação às resinas, podemos notar que para os grupos ST não houve diferença estatisticamente significativa nos valores médios de resistência ao cisalhamento para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. Já a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou um valor médio de resistência significativamente menor. Para os grupos CT não houve diferença estatisticamente significativa nos valores médios de resistência ao cisalhamento para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure. A resina Transbond XT apresentou um valor médio de resistência significativamente superior ao das outras duas resinas. Em ambas as condições de tratamento, a resina Transbond XT apresentou os maiores valores médios de resistência ao cisalhamento.

A análise de Variância dos resultados obtidos para a resistência ao cisalhamento CT demonstrou que a interação Fonte/Resina foi significativa, sendo necessário seu desdobramento, o qual está apresentado na Tabela 6. O teste F foi significativo para o efeito fonte, demonstrando que houve diferença significativa nos valores de resistência ao cisalhamento CT para as três resinas. Somente para a resina Transbond XT, o valor médio obtido para o cisalhamento com termociclagem foi estatisticamente superior para a fonte F2 (40s). Para o efeito resina, o teste F foi significativo para a fonte F2 (40s), indicando diferença significativa nos valores de resistência obtidos para as três resinas quando fotopolimerizadas com esta fonte de luz. A resina Transbond XT apresentou resistência ao cisalhamento com termociclagem estatisticamente superior aos obtidos para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure. Ainda, podemos observar que não houve diferença significativa nos valores

de resistência ao cisalhamento com termociclagem para os três materiais, quando fotopolimerizados com a fonte F1.

**Tabela 6:** Desdobramento da interação Fonte x Resina para a variável cisalhamento com termociclagem.

Fonte	Resina			Teste F
	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	
F1 - 40s	16,27 aA	15,32 aA	14,76 aA	0,55 <sup>NS</sup>
F2 - 40s	11,96 bA	11,05 bA	18,89 bB	17,21 **
<b>Teste F</b>	8,73 **	8,53 **	7,99 **	

Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas na coluna e letras maiúsculas na linha indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

A análise da interação Fonte/Resina considerando a fonte F1 (40s) e a fonte F2 (120s) para os valores de resistência ao cisalhamento ST e CT estão representados na Tabela 7. Tais resultados demonstram que para os grupos ST, independente das resinas, não houve diferença significativa nos valores de resistência obtidos utilizando para a fotopolimerização a fonte F1 por 40s e a fonte F2 por 120s. Já para os grupos CT, o teste F foi significativo para o efeito fonte, com valor de resistência significativamente superior para a fonte F2 por 120s. Para o efeito resina, o teste F foi significativo para a resistência ao cisalhamento independente do tratamento térmico realizado, demonstrando haver diferença significativa na resistência ao cisalhamento das três resinas. Nas duas condições avaliadas (ST e CT), não houve diferença significativa nos valores de resistência obtidos para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure e os valores de resistência ao cisalhamento da resina Transbond XT foram estatisticamente superiores àqueles obtidos para estas resinas.

**Tabela 7:** Análise da interação Fonte x Resina, estudando os efeitos fonte e resina para a variável Cisalhamento.

Fonte/Resina	Cisalhamento (MPa)	
	ST	CT
F1 - 40s	15,52 a	15,45 a
F2 - 120s	13,80 a	17,46 b
<b>Fonte Teste F</b>	2,67 <sup>NS</sup>	4,53 **
Fill Magic	11,67 A	14,96 A
Ortho Lite	13,65 A	16,18 A
Transbond	18,66 B	18,22 B
<b>Resina Teste F</b>	15,75 **	8,65 **
<b>Interação Fonte x Resina</b>	0,39 <sup>NS</sup>	11,07 **
<b>CV</b>	27,70	22,18

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

A análise de Variância dos resultados obtidos para a resistência ao cisalhamento com termociclagem demonstrou que a interação Fonte/Resina foi significativa, sendo necessário seu desdobramento, o qual está apresentado na Tabela 8. Os resultados indicam que o efeito fonte não causou diferença significativa nos valores de resistência ao cisalhamento CT obtido para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure, com exceção para a resina Transbond XT, que apresentou uma resistência ao cisalhamento CT estatisticamente superior quando foi fotopolimerizada com a fonte F2 por 120s. Para o efeito resina, o teste F foi significativo para fonte F2 (120s), indicando diferença nos valores de resistência ao cisalhamento CT obtido para as três resinas fotopolimerizadas com esta fonte de luz por 120s. A resistência ao cisalhamento com termociclagem da resina Transbond XT foi estatisticamente superior aos obtidos para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure.

**Tabela 8:** Desdobramento da interação Fonte X Resina para a variável cisalhamento com termociclagem.

Fonte	Resina			Teste F
	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	
F1 - 40s	16,27 aA	15,32 aA	14,76 aA	0,44 <sup>NS</sup>
F2 - 120s	13,65 aA	17,04 aA	21,67 bB	12,16 <sup>**</sup>
<b>Teste F</b>	2,57 <sup>NS</sup>	1,12 <sup>NS</sup>	17,94 <sup>**</sup>	

Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas na coluna e letras maiúsculas na linha indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

<sup>\*\*</sup> = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

A Tabela 9 apresenta a análise dos resultados de resistência ao cisalhamento ST e CT no experimento fatorial 3 x 4 (3 resinas e 4 tempos) com 12 tratamentos e 10 repetições, considerando os tempos de exposição aplicados com a fonte F2. Independente do tempo de exposição, o teste F foi significativo para o efeito resina, indicando diferença significativa nos valores de resistência ao cisalhamento para as três resinas nas duas condições avaliadas (ST e CT). Para os grupos ST não houve diferença significativa na resistência ao cisalhamento obtida para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. A resistência ao cisalhamento da resina Fill Magic Ortodôntico foi estatisticamente menor quando comparado aos obtidos para as outras duas resinas. Para o grupo CT, a diferença nos valores de resistência ao cisalhamento não foi significativa para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure. A resina Transbond XT apresentou valor de resistência estatisticamente superior aos obtidos para as outras duas resinas.

Para o efeito tempo, o teste F foi significativo para as duas condições avaliadas (ST e CT), indicando haver diferença estatística nos valores de resistência ao cisalhamento com a variação do tempo de exposição à luz, independente do material avaliado. Para os grupos ST, não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência obtidos para os tempos de exposição de 40s, 60s e 90s. Os valores de resistência obtidos com a fotopolimerização por 120s foram estatisticamente superior aos valores obtidos para os tempos de 40s e 60s, não diferindo daquele obtido para o tempo de 90s. Para os grupos CT, os

tempos de 40s e 60s não demonstraram diferenças significativas nos valores de resistência ao cisalhamento. Os tempos de 90s e 120s proporcionaram valores estatisticamente superiores, sem diferença significativa entre eles.

**Tabela 9:** Análise da interação Resina X Tempo, estudando os efeitos resina e tempo para a variável Cisalhamento, com a fonte F2.

Resina/Tempo	Cisalhamento (MPa)	
	ST	CT
Fill Magic	11,18 a	13,74 a
Ortho Lite	14,24 b	14,29 a
Transbond	15,59 b	19,67 b
<b>Resina Teste F</b>	13,51 **	25,04 **
40s	11,62 A	13,97 A
60s	12,99 A	13,70 A
90s	16,28 AB	18,47 B
120s	13,80 B	17,46 B
<b>Tempo Teste F</b>	7,63 **	10,28 **
<b>Interação Resina x Tempo</b>	4,71 **	1,57 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	28,39	26,04

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

Como a análise de Variância dos resultados obtidos para a resistência ao cisalhamento ST demonstrou que a interação Resina/Tempo foi significativa, apresentamos na Tabela 10 o seu desdobramento.

**Tabela 10:** Desdobramento da interação Resina X Tempo para a variável cisalhamento sem termociclagem.

Tempo	Resina			Teste F
	Fill Magic	Orto Lite	Transbond	
40s	6,21 aA	13,88 aB	14,76 abB	14,68 **
60s	12,25 bcA	14,53 aA	12,18 aA	1,19 <sup>NS</sup>
90s	15,92 bA	15,94 aA	16,98 bA	0,24 <sup>NS</sup>
120s	10,37 caA	12,60 aA	18,44 bB	11,54 **
<b>Teste F</b>	10,83 **	1,28 <sup>NS</sup>	4,94 **	

Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas na coluna e letras maiúsculas na linha indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

Para o efeito tempo, o teste F foi significativo para as resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, demonstrando que a variação no tempo de exposição para os dois materiais ocasionou diferença significativa nos valores de resistência ao cisalhamento ST. Para o efeito resina, o teste F foi significativo para os tempos de 40s e 120s, indicando diferença significativa nos valores de resistência ao cisalhamento ST para os três materiais. No tempo de 40s, a resistência ao cisalhamento da resina Fill Magic Ortodôntico foi estatisticamente inferior aos valores demonstrados pelos outros materiais. No tempo de 120s, a resina Transbond XT apresentou uma resistência ao cisalhamento significativamente maior que os das outras duas resinas.

A Tabela 11 apresenta o estudo comparativo para as duas condições avaliadas (ST e CT) para as três resinas segundo a fonte de luz e tempo de fotopolimerização. Tais resultados demonstram que a variação de temperatura e umidade ocasionou uma diminuição significativa no valor de resistência ao cisalhamento somente para a resina Transbond XT fotopolimerizada por 40s com a fonte F1.

**Tabela 11:** Estudo comparativo dos resultados de resistência obtidos nas duas condições avaliadas (ST e CT).

Combinação			Cisalhamento (MPa)		
			ST	CT	Teste F
Resina	Fonte	Tempo			
Fill Magic	F1	40	12,97 a	16,27 b	5,75**
Fill Magic	F2	40	6,21 a	11,95 b	12,58**
Fill Magic	F2	60	12,25 a	13,69 a	1,13 <sup>NS</sup>
Fill Magic	F2	90	15,92 a	15,65 a	0,02 <sup>NS</sup>
Fill Magic	F2	120	10,37 a	13,65 a	2,53 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F1	40	14,70 a	15,32 a	0,22 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F2	40	13,88 a	11,05 a	4,08 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F2	60	14,53 a	11,80 a	2,38 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F2	90	15,94 a	17,27 a	0,55 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F2	120	12,60 a	17,04 b	5,51**
Transbond	F1	40	18,88 a	14,76 b	5,85**
Transbond	F2	40	14,76 a	18,89 b	4,04**
Transbond	F2	60	12,18 a	15,62 a	4,09 <sup>NS</sup>
Transbond	F2	90	16,98 a	22,49 b	8,37**
Transbond	F2	120	18,44 a	21,67 a	2,97 <sup>NS</sup>

Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas na mesma linha indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

Neste estudo, o desempenho mecânico das três resinas ortodônticas foi avaliado analisando-se o efeito da fonte de luz, do tempo de exposição e do tratamento térmico na propriedade de resistência ao cisalhamento dos materiais. Apesar de diferirem quanto à metodologia empregada, alguns estudos demonstraram valores próximos aos reportados na análise dos resultados deste estudo para as resinas Transbond XT e Fill Magic Ortodôntico, sendo aqui citados com caráter informativo e não comparativo. Harris et al.<sup>107</sup> avaliaram a força de adesão de resinas compostas, dentre elas, a resina Transbond XT na colagem de bráquetes metálicos Ormesh (Ormco) e cerâmicos Transcend (3M Unitek). Na colagem dos bráquetes metálicos, o tempo fotopolimerização foi de 30s. Os corpos de prova foram armazenados em água destilada a 310K por 24 horas, e o ensaio realizado em uma máquina

Instron. O valor médio de força de adesão obtido para o Transbond XT na colagem dos bráquetes metálicos foi de 12,56 MPa. Souza et al.<sup>72</sup> avaliaram a resistência ao cisalhamento de cinco cimentos utilizados na fixação de bráquetes metálicos (Abzil Lancer), dentre os quais o Transbond XT, fotopolimerizado por 60s com um aparelho Curing Light XL 1500 (3M). Os corpos de prova foram armazenados por 24 horas em água destilada, a temperatura de  $310\text{K} \pm 2\text{K}$ , e após houve a realização dos ensaios em uma Máquina de Ensaio Universal KRATOS, com velocidade de 0,5 mm/min. A média de resistência obtida para o Transbond XT foi de 19,93 MPa.

Filho et al.<sup>6</sup> avaliaram a força de adesão, por meio de ensaio mecânico de cisalhamento, de cinco adesivos ortodônticos utilizados na colagem de bráquetes metálicos (Morelli), dentre eles, as resinas Transbond XT e Fill Magic Ortodôntico. A fotopolimerização foi realizada com um aparelho Ultralux (Dabi Atlante), com intensidade de  $400 \text{ mW/cm}^2$ . O ensaio de cisalhamento foi realizado 48 horas após a colagem, em uma Máquina de Ensaio MEM 2000, com velocidade de 0,5 mm/min. Os valores médios de resistência para as resinas Transbond XT e Fill Magic Ortodôntico foram respectivamente 19,9 MPa e 11,7 MPa.

Onofre et al.<sup>108</sup> compararam a resistência ao cisalhamento do Transbond XT utilizando uma fonte de luz halógena e outra do tipo LED, na colagem de bráquetes metálicos (Morelli). O aparelho fotopolimerizador convencional XL 3000 (3M Unitek), com intensidade de  $638 \text{ mW/cm}^2$  foi ativado por 40s (Grupo I), e o LED Ortholux (3M Unitek), com intensidade de  $450 \text{ mW/cm}^2$ , por 15s para a fotopolimerização da resina (Grupo II). Os corpos de prova foram armazenados em água destilada a  $310\text{K}$  por 24 horas, e após houve a realização do teste. O ensaio foi realizado em uma máquina EMIC DL 2000, com velocidade de 1 mm/min. Os resultados demonstraram que não houve diferença estatisticamente

significativa entre os dois grupos, cujos valores médios de resistência foram  $14,96 \pm 5,70$  MPa (Grupo I), e  $13,08 \pm 4,33$  MPa (Grupo II).

No presente estudo, em relação às resinas avaliadas, a análise dos resultados demonstrou haver uma diferença no comportamento mecânico dos três materiais, independente das condições de tratamento. A resina Fill Magic Ortodôntico apresentou menores valores de resistência ao cisalhamento, enquanto a resina Transbond XT apresentou maiores valores de resistência ao cisalhamento. Considerando os resultados apresentados nas Tabelas 6 e 10, o comportamento da resina Ortho Lite Cure foi variável nas condições de tratamento térmico. Tal material apresentou um desempenho mecânico similar ao desempenho da resina Transbond XT na ausência de tratamento térmico e similar ao desempenho da resina Fill Magic Ortodôntico após receber o tratamento térmico. Deste modo, o desempenho de cada material no ensaio mecânico e os resultados aqui reportados podem estar relacionados com as características de cada material no que se refere à composição estrutural.

Em se tratando do conteúdo inorgânico, a quantidade, tipo, tamanho e distribuição das partículas inorgânicas podem afetar as propriedades mecânicas das resinas compostas<sup>45</sup>. Segundo Beech<sup>109</sup>, as resinas à base de Bis-GMA com alta percentagem de carga apresentam melhores propriedades mecânicas para suportar as forças decorrentes da mastigação e da movimentação ortodôntica, além de amenizar condições desfavoráveis como, por exemplo, a umidade encontrada na cavidade oral. Deste modo, o desempenho mecânico está associado ao conteúdo e tamanho das partículas de carga e ao reforço produzido por elas.

Os valores médios de conteúdo inorgânico obtido para as resinas avaliadas, conforme o estudo descrito no item 3.1.1, estão listados na Tabela 12. Podemos observar que o teor inorgânico obtido para o Transbond XT está de acordo com os valores fornecidos por seu fabricante.

**Tabela 12:** Conteúdo inorgânico obtido para as resinas avaliadas.

<b>Material</b>	<b>Teor inorgânico % em massa</b>
Fill Magic Ortodôntico	38,1
Ortho Lite Cure	70
Transbond XT	74,6

Portanto, os melhores resultados de resistência ao cisalhamento da resina Transbond XT pode estar associado ao seu maior conteúdo inorgânico (74,6% em massa). Além disso, em seu conteúdo inorgânico há uma grande quantidade de partículas de quartzo (70-80% em massa), que é caracterizado pela extrema dureza. Somente houve a ocorrência de fratura dental para a resina Transbond XT, o que seria decorrência de uma maior força de adesão proporcionada pelo material. Por outro lado, os menores valores de resistência ao cisalhamento da resina Fill Magic Ortodôntico pode ser relacionado ao seu menor conteúdo inorgânico (38,1% em massa). A resina Ortho Lite Cure apresenta um conteúdo inorgânico (70% em massa) semelhante ao da resina Transbond XT, porém podemos observar variações em seu comportamento mecânico, o que pode estar associado a outros fatores relacionados à composição como o tipo de partículas de carga, silanização e diferenças no conteúdo orgânico. Entretanto, os valores de resistência da resina Ortho Lite Cure estão acima dos valores mínimos (6 a 8 MPa) recomendados para o material de colagem ortodôntica.

Quanto aos resultados obtidos para a resina Fill Magic Ortodôntico, pode-se observar que somente este material apresentou valores de resistência menores que 6 MPa (conforme apresentado no Anexo I), o qual corresponde ao valor mínimo requerido para colagem ortodôntica. Para o tempo de fotopolimerização de 40s com as duas fontes, houve diferença significativa ( $p > 0.05$ ) nos valores médios obtidos para os grupos ST e CT. No entanto, maiores valores de resistência ao cisalhamento foram observados após o tratamento térmico, indicando que tal material pode ter uma tendência a sofrer pós-cura, e com as

variações de umidade e temperatura do tratamento térmico, uma polimerização adicional melhorou a propriedade de resistência mecânica.

Quanto ao processo de polimerização das resinas fotopolimerizáveis, a intensidade de luz e o tempo de exposição influenciam no desempenho mecânico destes materiais. Desta forma, a menor resistência de união das resinas fotopolimerizáveis pode estar associada a uma deficiência de exposição do material à luz. Estudos demonstraram que o desempenho mecânico da resina ortodôntica Concise, quimicamente ativada, foi superior quando comparado ao de resinas fotopolimerizáveis, indicando a influência do processo de polimerização<sup>72,110</sup>.

No caso da colagem ortodôntica com resinas fotopolimerizáveis, os bráquetes metálicos não permitem a transmissão da radiação utilizada, e desse modo, o processo de irradiação da película de adesivo inicia-se pelas bordas do filme de resina. Conseqüentemente, a quantidade de energia de radiação utilizada deve ser suficiente para promover a polimerização completa do material.

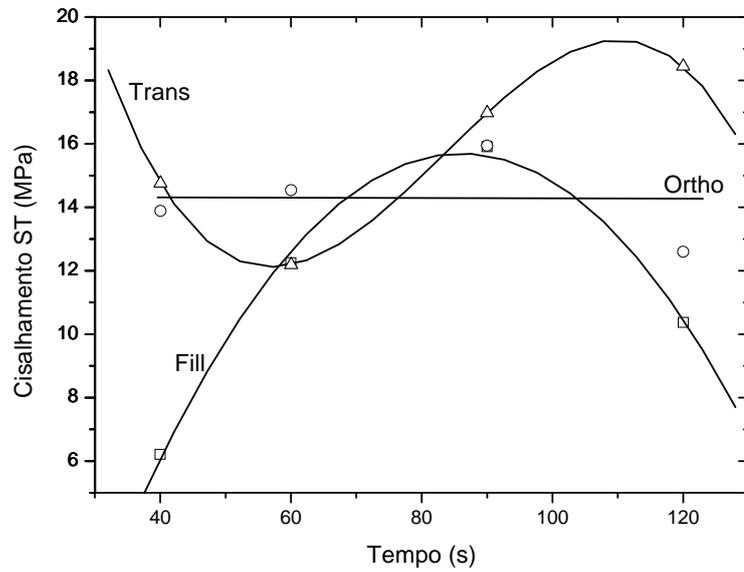
Analisando comparativamente os resultados obtidos neste estudo podemos observar que a variação na fonte de luz e no tempo de exposição proporcionou diferenças no comportamento mecânico dos materiais. Neste contexto, dois fatores podem ser considerados relevantes, a densidade de potência e a densidade de energia fornecida aos materiais. Na literatura, os valores de densidade de potência recomendados por Rueggeberg et al.<sup>66</sup> têm sido considerados como referência. Segundo os autores, a densidade de potência de 400 mW/cm<sup>2</sup> seria capaz de produzir uma polimerização adequada, e o aparelho fotopolimerizador não deveria apresentar uma densidade de potência menor que 233 mW/cm<sup>2</sup>, uma vez que esta seria a densidade de potência limite para o não comprometimento da polimerização do material. Os autores também sugeriram os tempos de exposição de 40s e 60s para uma densidade de potência de 400 mW/cm<sup>2</sup>, e que o uso de uma menor densidade de potência

poderia ser compensado pelo aumento do tempo de exposição à luz. Ainda, alguns autores destacaram que a densidade de energia seria um fator determinante para a melhoria da polimerização, não devendo ser considerados individualmente a densidade de potência e o tempo de exposição<sup>49,56</sup>. Segundo Franco & Lopes, *apud* Bispo<sup>56</sup>, a densidade de energia necessária está na dependência do tipo de resina composta utilizada. Para as fontes utilizadas no presente estudo, com relação à densidade de potência, observou-se que a densidade da fonte F1 (232 mW/cm<sup>2</sup>) se encontra no valor limite indicado por Rueggeberg et al.<sup>66</sup>, sendo sensivelmente superior à densidade de potência da fonte F2 (52 mW/cm<sup>2</sup>), o que pode ter contribuído para a obtenção de maiores valores médios de resistência ao cisalhamento com o uso da fonte F1 quando comparados aos obtidos com a fonte F2, para o tempo de exposição de 40s, conforme observado na Tabela 11. Quanto à densidade de energia, o uso da fonte F1 por 40s proporcionou uma densidade de energia de 9,28 J/cm<sup>2</sup>, já para a fonte F2 por 40s e 120s, a quantidade de energia fornecida foi respectivamente 2,08 e 6,24 J/cm<sup>2</sup>. A análise dos resultados demonstrou que o uso da fonte F2 por 120s ocasionou uma melhora na resistência ao cisalhamento dos materiais quando comparado aos resultados obtidos com a mesma fonte por 40s e com a fonte F1, indicando a influência da densidade de energia na resistência ao cisalhamento dos materiais.

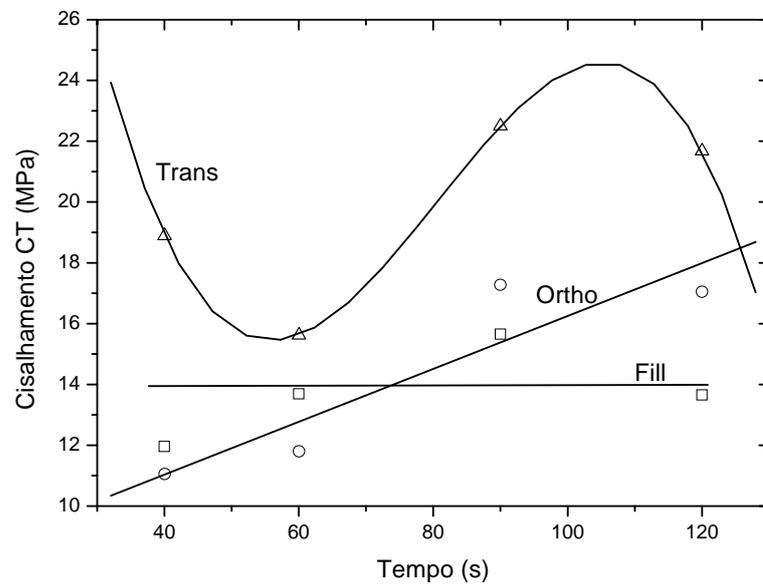
Ainda, com relação aos tempos de exposição utilizados para a fonte F2, os efeitos da variação do tempo na resistência ao cisalhamento das três resinas são apresentados nas Figuras 12 e 13. Nos grupos ST, observa-se que a resina Fill Magic Ortodôntico atingiu um máximo valor de resistência ao cisalhamento em torno do tempo utilizado de 90s. A resina Ortho Lite Cure demonstrou um comportamento constante em relação às variações no tempo de exposição. Para a resina Transbond XT, um valor mínimo de resistência foi atingido com a fotopolimerização em torno do tempo utilizado de 60s, e um valor máximo de resistência dentre os tempos utilizados foi obtido em torno do tempo de 120s. Nos grupos CT, houve um

comportamento constante da resina Fill Magic Ortodôntico. Para a resina Ortho Lite Cure, a resistência ao cisalhamento foi diretamente proporcional ao aumento no tempo de exposição. Do mesmo modo que no grupo ST, a resina Transbond XT apresentou um valor mínimo de resistência em torno do tempo aplicado de 60 s, podendo este ser considerado um tempo crítico para a fotopolimerização deste material. Na condição (CT), dentre os tempos aplicados, um valor máximo de resistência para a resina Transbond XT foi obtido em torno de 90 s. Deste modo, pode-se observar que somente o aumento no tempo de fotopolimerização não ocasionou necessariamente o aumento na propriedade de resistência. Cada resina avaliada demonstrou requerer certa densidade de energia para obter um melhor desempenho mecânico, conforme observado por outros autores<sup>49,65</sup>.

Em se tratando do tratamento térmico realizado nota-se que, em geral, o tratamento térmico não ocasionou uma diminuição nos valores de resistência ao cisalhamento das três resinas, corroborando com os estudos de Aguilar et al.<sup>106</sup>. No entanto, o comportamento destes materiais foi influenciado pelo tratamento térmico realizado, o que pode ser observado nas Figuras 17 e 18.



**Figura 17:** Efeitos do tempo de exposição na resistência ao cisalhamento ST das resinas avaliadas.



**Figura 18:** Efeitos do tempo de exposição na resistência ao cisalhamento CT das resinas avaliadas.

## 6.2 ENSAIO DE MICRODUREZA VICKERS

Os valores apresentados nas análises correspondem aos resultados obtidos para o armazenamento a seco e na água após 7 dias. A análise dos valores médios de dureza com 6 tratamentos e 5 repetições, no experimento fatorial 2 x 3 (2 fontes e 3 resinas) para o tempo de exposição de 40s, são apresentados na Tabela 13.

**Tabela 13:** Análise da interação Fonte X Resina, estudando os efeitos fonte e resina para a variável Dureza.

Fonte/Resina	Dureza (N/mm <sup>2</sup> )	
	Seco	Água
F1 - 40s	47,15 a	46,05 a
F2 - 40s	41,56 b	45,76 a
<b>Fonte Teste F</b>	27,41 **	0,13 <sup>NS</sup>
Fill Magic	29,92 A	30,80 A
Ortho Lite	52,16 B	55,40 B
Transbond	50,98 B	51,52 C
<b>Resina Teste F</b>	183,63 **	380,79 **
<b>Interação Fonte x Resina</b>	1,78 <sup>NS</sup>	0,02 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	6,58	4,67

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade (p>0,05);

\*\* = significativa a 1% de probabilidade (p<0,01).

Para o efeito fonte houve diferença significativa nos valores de dureza após armazenamento a seco, indicando que a fonte F1 proporcionou um valor de dureza estatisticamente superior. Para o efeito resina, o teste F foi significativo para ambos os meios de armazenamento, indicando haver diferença significativa no valor de dureza dos três materiais avaliados. Independente do meio de armazenamento, a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou um valor de dureza estatisticamente inferior aos obtidos para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. Para o armazenamento a seco, não houve diferença

significativa nos valores de dureza obtidos para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. Já para o armazenamento na água, a resina Ortho Lite Cure apresentou um valor de dureza estatisticamente superior.

A Tabela 14 apresenta a análise da interação Fonte/Resina considerando a fonte F1 para o tempo de 40s e a fonte F2 para o tempo de 120s para os resultados de dureza.

**Tabela 14:** Análise da interação Fonte X Resina, estudando os efeitos fonte e resina para a variável Dureza.

Fonte/Resina	Dureza (N/mm <sup>2</sup> )	
	Seco	Água
F1 - 40s	47,15 a	46,05 a
F2 - 120s	47,35 a	46,32 a
<b>Fonte Teste F</b>	0,04 <sup>NS</sup>	0,10 <sup>NS</sup>
Fill Magic	30,98 A	30,42 A
Ortho Lite	54,97 B	55,06 B
Transbond	55,80 B	53,07 B
<b>Resina Teste F</b>	249,06 **	339,35 **
<b>Interação Fonte x Resina</b>	0,79 <sup>NS</sup>	1,84 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	5,98	5,08

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade (p>0,05);

\*\* = significativa a 1% de probabilidade (p<0,01).

Tais resultados demonstram que não houve diferença significativa nos valores de dureza obtidos utilizando-se a fonte F1 por 40s e a fonte F2 por 120s nas duas condições avaliadas. Independente da fonte utilizada houve diferença significativa nos valores de dureza obtidos para as três resinas, com valores dureza significativamente inferiores para a resina Fill Magic Ortodôntico.

A análise dos fatores Resina e Tempo para a fonte F2 estão listados na Tabela 15. Houve diferença significativa nos valores de dureza para os três materiais nas duas condições avaliadas, sendo que a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou valor de dureza estatisticamente menor que as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT, não havendo

diferença significativa para estas duas. O teste F foi significativo para o efeito tempo somente na condição de armazenamento a seco, indicando que a variação no tempo de exposição à luz, independente do material avaliado, proporcionou diferença significativa sendo que o tempo de 120s proporcionou maior valor de dureza.

**Tabela 15:** Análise da interação Resina X Tempo, estudando os efeitos resina e tempo para a variável Dureza, com a fonte F2.

Resina/Tempo	Dureza (N/mm <sup>2</sup> )	
	Seco	Água
Fill Magic	29,56 a	30,32 a
Ortho Lite	51,81 b	54,99 b
Transbond	52,00 b	52,82 b
<b>Resina Teste F</b>	411,08 **	250,86 **
40s	41,56 A	45,76 A
120s	47,35 B	46,32 A
<b>Tempo Teste F</b>	62,13 **	0,32 <sup>NS</sup>
<b>Interação Resina x Tempo</b>	8,76 **	1,64 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	4,52	5,92

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade (p>0,05);

\*\* = significativa a 1% de probabilidade (p<0,01).

A interação Resina/Tempo foi significativa para os valores de dureza obtidos após armazenamento a seco, sendo necessário seu desdobramento (Tabela 16). A variação no tempo de exposição proporcionou diferença significativa nos valores de dureza para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT.

A análise do armazenamento a seco e na água para os valores de dureza dos três materiais, segundo a fonte de luz e tempo de exposição é apresentada na Tabela 17. De modo geral, o meio de armazenamento não influenciou na dureza dos materiais. Somente para a resina Ortho Lite Cure fotopolimerizada por 40s utilizando a fonte F2 houve diferença significativa nos valores de dureza obtidos nas duas condições de armazenamento.

**Tabela 16:** Desdobramento da interação Resina X Tempo para a variável Dureza após armazenamento a seco.

Tempo	Resina			Teste F
	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	
40s	28,50 aA	49,00 aB	47,18 aB	158,98 **
120s	30,62 aA	54,62 bB	56,82 bB	260,87 **
<b>Teste F</b>	2,76 <sup>NS</sup>	19,47 **	57,41 **	

Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas na coluna e letras maiúsculas na linha indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

**Tabela 17:** Estudo comparativo dos resultados de dureza obtidos nas duas condições avaliadas (S e A).

Combinação			Dureza (N/mm <sup>2</sup> )		
			Seco	Água	Teste F
Resina	Fonte	Tempo			
Fill Magic	F1	40	31,34 a	30,90 a	0,10 <sup>NS</sup>
Fill Magic	F2	40	28,50 a	30,69 a	1,39 <sup>NS</sup>
Fill Magic	F2	120	30,62 a	29,95 a	0,22 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F1	40	55,32 a	55,47 a	0,01 <sup>NS</sup>
Ortho Lite	F2	40	49,00 a	55,33 b	24,52 **
Ortho Lite	F2	120	54,62 a	54,65 a	0,00 <sup>NS</sup>
Transbond	F1	40	54,78 a	51,77 a	1,59 <sup>NS</sup>
Transbond	F2	40	47,18 a	51,26 a	10,54 <sup>NS</sup>
Transbond	F2	120	56,82 a	54,37 a	2,11 <sup>NS</sup>

Os resultados de dureza obtidos estariam relacionados à estrutura polimérica dos materiais da mesma forma que para os resultados de resistência ao cisalhamento. As resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT apresentaram valores semelhantes de dureza o que pode ser relacionado ao conteúdo inorgânico das duas resinas, respectivamente 70% e 74,6% em massa. Ainda, os conteúdos inorgânicos das resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT são superiores ao teor inorgânico da resina Fill Magic Ortodôntico (38,12% em massa), o que explica os menores valores de dureza deste material. Tais observações estão de acordo com outros estudos. Bowen<sup>19</sup> ao avaliar resinas à base de Bis-GMA com e sem partículas de carga demonstrou que a incorporação de partículas de carga proporcionou melhora em algumas propriedades, dentre elas, a resistência à penetração. Neves et al.<sup>46</sup> observaram que o conteúdo

de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de dureza de resinas compostas de uso indireto. Em seu estudo, a resina com maior conteúdo inorgânico apresentou maiores valores de dureza Vickers, enquanto os menores valores de dureza foram encontrados para a resina com menor quantidade de partículas de carga. Rocha<sup>111</sup> avaliou a dureza Vickers de resinas compostas restauradoras e observou uma correlação positiva entre a fração em volume de conteúdo inorgânico e a dureza Vickers das resinas avaliadas.

A densidade de potência e a densidade de energia foram relevantes nos resultados de dureza dos três materiais. Com relação às duas fontes de luz utilizadas, podemos observar que a fotopolimerização por 40s com a fonte F1 proporcionou maiores valores de dureza comparado àqueles obtidos com a fonte F2 por 40s no armazenamento a seco. No entanto, para o armazenamento na água não houve diferença significativa nos valores obtidos com as duas fontes no tempo de 40s. Por outro lado, quando a fotopolimerização com a fonte F2 foi por 120s, os valores de dureza não diferiram daqueles obtidos com a fotopolimerização com a fonte F1, independente do meio de armazenamento. Ainda, a variação no tempo de 40s para 120s com a fonte F2 ocasionou uma melhora nos valores de dureza.

Segundo Alves<sup>49</sup>, a propriedade de dureza é diretamente afetada pela densidade de potência e pelo tempo de exposição à luz, havendo o aumento da dureza à medida que se aumenta a intensidade de luz e tempo de exposição. Porém, segundo o autor, parece existir um ponto de saturação a partir do qual não é possível obter maiores valores de dureza mesmo aumentando a intensidade de luz.

Em nosso estudo, a maior densidade de potência da fonte F1 pôde ser relacionada com maiores valores de dureza, enquanto menores valores foram obtidos com a fonte de menor densidade de potência. A menor densidade de energia fornecida pela fonte F2 por 40s ( $2,08 \text{ J/cm}^2$ ) justificaria os menores valores de dureza obtidos com esta fonte. Em contraponto, a densidade de energia fornecida com a fonte F2 por 120s ( $6,24 \text{ J/cm}^2$ ) foi capaz

de proporcionar valores de dureza superiores àqueles observados com esta fonte por 40s, e equiparados aos obtidos com a fonte F1, indicando que o aumento na densidade de energia utilizando-se a fonte F2 ocasionou melhora na propriedade de dureza.

O efeito da densidade de energia na propriedade de dureza das resinas observado neste estudo foi citado por outros autores. Abate et al.<sup>7</sup> avaliaram a dureza Barcol das resinas restauradoras Z100, Filtek A110, Tetric Ceram e Tetric Flow, variando a densidade de energia, tempo de polimerização e distância entre a fonte de luz e o material. Foi utilizada uma fonte de luz do tipo halógena, com as densidades de energia de 22,6, 15,7, 9,0 e 6,7 J/cm<sup>2</sup>. A variação na distância foi realizada com o posicionamento da fonte de luz a 0, 5, 10 e 15 mm do material durante a fotopolimerização. Os autores observaram que a dureza das resinas foi influenciada pela densidade de energia fornecida.

Price et al.<sup>112</sup> avaliaram a dureza Knoop de cinco resinas compostas restauradoras (Heliomar, Herculite, Virtuoso Sculptable, Virtuoso Flowable e Esthet-X) utilizando três fontes de luz com diferentes densidades de potência, variando o tempo de exposição e a distância entre a fonte de luz e o material avaliado. As diferentes combinações de densidade de potência, tempo de exposição e distanciamento da fonte determinaram densidades de energia que variaram entre 1,2 e 38,0 J/cm<sup>2</sup>. Os autores observaram uma relação linear entre a dureza e a densidade de energia. Vandewalle et al.<sup>113</sup> observaram o efeito da densidade de energia na dureza da resina composta Z250 quando fotopolimerizada com densidades de energia de 4, 6, 8, 12 e 24 J/cm<sup>2</sup>. Os resultados demonstraram haver uma relação direta entre a densidade de energia e a dureza.

Em relação aos resultados de dureza obtidos imediatamente após a polimerização e após 7 dias, observamos maiores valores de dureza após o período de armazenamento, independente da fonte de luz, tempo de exposição e meio de armazenamento. Estas observações também foram reportadas em outros estudos. Discacciati et al.<sup>63</sup> analisaram a

dureza Vickers de duas resinas compostas fotopolimerizáveis em função do tempo após a fotopolimerização, variando a intensidade de luz e tempo de exposição. As amostras foram fotopolimerizadas com intensidade de luz de 200 e 400 mW/cm<sup>2</sup> nos tempos de 5, 10, 20 e 40s, e armazenadas a seco. As medidas de dureza foram realizadas na superfície irradiada pela luz, sendo obtidas imediatamente após a polimerização, e nos períodos de 1 hora, 24 horas e 168 horas. Os autores observaram um aumento nos valores de dureza dos materiais comparando-se os resultados obtidos logo após a polimerização e nos períodos de 1 hora e 24 horas, não havendo diferença nos valores de dureza entre 24 horas e 168 horas. Coffey et al.<sup>114</sup> determinaram a dureza Vickers de uma resina composta restauradora nos períodos de 1 hora e 24 horas após a fotopolimerização, variando o tempo de exposição à luz. As amostras foram fotopolimerizadas com uma fonte do tipo halógena com intensidade de luz de 600 mW/cm<sup>2</sup> nos tempos de exposição de 5, 10, 15, 20, 30, 40 e 60s, sendo armazenadas a seco. As medidas foram realizadas nas superfícies irradiadas e não irradiadas pela luz. Os autores observaram um aumento significativo nos valores de dureza após 24 horas, independente das condições avaliadas. Herbistrith et al.<sup>61</sup> avaliaram a dureza Vickers de uma resina composta restauradora utilizando para a fotopolimerização uma fonte do tipo halógena e outra fonte tipo LED. As medidas de dureza foram realizadas na superfície das amostras após 24 horas, 7 e 14 dias, sendo as amostras armazenadas em água destilada. Os resultados demonstraram um aumento nos valores de dureza obtidos após 7 dias de armazenamento, independente da fonte utilizada.

Para os meios de armazenamento utilizados, conforme apresentado na Tabela 17, notamos que, em geral, o armazenamento em água não ocasionou diferença nos valores de dureza dos materiais quando comparado ao armazenamento a seco, independente da fonte de luz e do tempo de exposição utilizados. Houve somente diferença significativa para os valores obtidos com a resina Ortho Lite Cure fotopolimerizada por 40s com a fonte F2. Alguns

estudos avaliaram a influência de solventes nas propriedades mecânicas dos materiais resinosos<sup>115,116</sup>. Segundo Peutzfeldt<sup>42</sup>, a natureza polar das resinas dimetacrilato resultaria em absorção de água do meio bucal, provocando o enfraquecimento da matriz resinosa, desunião entre matriz e partícula e degradação hidrolítica das partículas com subsequente redução nas propriedades mecânicas. Segundo Guimarães et al.<sup>117</sup>, a degradação hidrolítica das resinas compostas acontece principalmente pelo acúmulo de água na interface carga/matriz, resultando no deslocamento das partículas inorgânicas. Ainda, a água do meio bucal pode participar ativamente na clivagem das ligações poliméricas, assim como servir de meio para a ação de enzimas.

Ferracane et al.<sup>118</sup> relatou que a difusão do solvente através do polímero seria capaz de causar um amolecimento da resina, através da dilatação da rede e a redução das forças de atrito entre as cadeias poliméricas. Em relação à ação da água, poderia haver uma ação limitada na redução das propriedades mecânicas, pois quando a rede polimérica é saturada com água, esta se dilata e ocorre uma estabilização da estrutura do compósito não havendo uma redução adicional nas propriedades em função do tempo de imersão. Em seu estudo, avaliaram algumas propriedades mecânicas de resinas sem carga após a imersão em água deionizada por 1 dia, 6 meses, 1 e 2 anos e observaram que o efeito da água nas propriedades mecânicas das resinas esteve relacionado com o maior tempo de imersão, uma vez que houve uma redução significativa nas propriedades após seis meses de imersão das resinas em água. Calais et al.<sup>119</sup> avaliaram a influência da ação da água na resistência a flexão de três resinas experimentais com diferentes tipos de partículas de carga na mesma proporção em volume. Os testes de resistência foram realizados em amostras logo após sua confecção, e após a imersão em água deionizada nos períodos de 1, 2, 3, 4, 5 e 6 meses. As medidas foram comparadas com outras obtidas no mesmo tempo de armazenamento a seco. Os autores evidenciaram que a resistência diminuiu à medida que se aumentou o tempo de armazenamento em água, e quando comparados aos valores de resistência para o

armazenamento a seco, estes foram significativamente maiores. Ainda, o tipo de partículas de carga influenciou no comportamento do material para o armazenamento na água. Em nosso estudo, o armazenamento na água não provocou a diminuição nos valores de dureza dos materiais, fato também descrito por Herbstrith et al.<sup>61</sup> O curto período de armazenamento poderia justificar o comportamento dos três materiais em meio aquoso, quando comparado com os estudos que utilizaram maiores tempos de armazenamento.

### **6.3 GRAU DE CONVERSÃO**

A Tabela 18 lista a análise estatística para os valores médios de grau de conversão com 6 tratamentos e 5 repetições no experimento fatorial 2 x 3 (2 fontes e 3 resinas) no tempo de exposição de 40s. Os resultados apresentados nas análises correspondem aos valores médios de grau de conversão obtidos após 7 dias para os cinco filmes de cada resina avaliada.

Para o efeito fonte, não houve diferença significativa nos valores de grau de conversão obtidos com as duas fontes. Com relação às resinas, houve diferença significativa nos valores de GC para os três materiais, sendo que a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou um valor de grau de conversão estatisticamente superior aos demonstrados pelas resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT, não havendo diferença significativa nos valores de GC destes últimos materiais.

Comparando-se os resultados obtidos de GC para a fonte F1 com tempo de exposição de 40s e a fonte F2 com tempo de exposição de 120s (Tabela 19), podemos verificar que houve diferença significativa para os valores de GC obtidos utilizando-se as duas

fontes, sendo que a fonte F2 por 120s proporcionou maior valor de GC. Para o efeito resina, o comportamento dos três materiais foi idêntico ao observado para as duas fontes por 40s.

**Tabela 18:** Análise da interação Fonte X Resina, estudando os efeitos fonte e resina para a variável Grau de Conversão (GC).

Fonte/Resina	GC (%)
F1 - 40s	53,13 a
F2 - 40s	52,47 a
<b>Fonte Teste F</b>	0,62 <sup>NS</sup>
Fill Magic	61,10 A
Ortho Lite	49,90 B
Transbond	47,40 B
<b>Resina Teste F</b>	98,88 **
<b>Interação Fonte x Resina</b>	1,08 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	4,39

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

**Tabela 19:** Análise da interação Fonte X Resina, estudando os efeitos fonte e resina para a variável Grau de Conversão (GC).

Fonte/Resina	GC (%)
F1 - 40s	53,13 a
F2 - 120s	56,00 b
<b>Fonte Teste F</b>	6,64 *
Fill Magic	62,50 A
Orto Lite	51,90 B
Transbond	49,30 B
<b>Resina Teste F</b>	52,67 **
<b>Interação Fonte x Resina</b>	0,27 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	5,58

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na mesma coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\* = significativa a 5% de probabilidade ( $p < 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

Analisando-se a variação no tempo de exposição de 40s e 120s com a fonte F2 (Tabela 20), o valor de GC da resina Fill Magic Ortodôntico foi estatisticamente superior aos obtidos pelas resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. Variando-se o tempo de 40 para 120s, houve diferença estatisticamente significativa para os valores de GC obtidos para as três resinas, sendo que o tempo de 120s proporcionou um maior valor de GC.

**Tabela 20:** Análise da interação Resina X Tempo, estudando os efeitos resina e tempo para a variável Grau de Conversão (GC), com a fonte F2.

<b>Resina/Tempo</b>	<b>GC (%)</b>
Fill Magic	63,00 a
Ortho Lite	51,40 b
Transbond	48,30 b
<b>Resina Teste F</b>	48,55 **
40s	52,47 A
120s	56,00 B
<b>Tempo Teste F</b>	7,57 *
<b>Interação Resina x Tempo</b>	0,08 <sup>NS</sup>
<b>CV</b>	6,48

Médias seguidas pelas mesmas letras maiúsculas ou minúsculas na coluna indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade;

<sup>NS</sup> = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ );

\* = significativa a 5% de probabilidade ( $p < 0,05$ );

\*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

Os resultados de grau de conversão demonstraram que a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou os maiores valores de grau de conversão, independente da fonte e do tempo de exposição. Não houve diferença significativa nos valores de grau de conversão das resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT. O conteúdo inorgânico dos materiais justificaria os resultados observados.

As diferenças nos valores de conversão obtidos para diferentes resinas compostas, têm sido atribuídas às variações de composição, no que se refere aos sistemas monoméricos,

concentração de diluentes, concentração de iniciadores e inibidores, natureza e teor de partículas de carga<sup>54,82,120</sup>.

Com relação ao conteúdo inorgânico presente na matriz resinosa, Neves et al.<sup>46</sup> observaram não haver correlação entre o teor de partículas inorgânicas e o grau de conversão, ao contrário do observado para as propriedades mecânicas dos materiais resinosos.

No entanto, outros estudos afirmaram a influência das partículas de carga no grau de conversão das resinas<sup>8,111,120</sup>. O conteúdo inorgânico exerceria um papel importante na atenuação da luz e conseqüentemente na cura do material. As partículas de carga interagem com a luz, resultando na sua absorção e espalhamento, e deste modo, uma maior proporção de conteúdo inorgânico ocasionaria uma maior dificuldade de penetração da luz, influenciando no grau de conversão do material resinoso. Ruyter et al.<sup>121</sup> afirmaram que a máxima dispersão da luz ocorre quando o tamanho das partículas inorgânicas corresponde à metade do comprimento de onda da luz ativadora.

De outro modo, há relatos de que o conteúdo inorgânico tem influência na mobilidade da cadeia molecular<sup>8,122</sup>. De tal forma, uma maior quantidade de partículas de carga contribui para a restrição do movimento molecular, interferindo na reação dos monômeros, e colaborando para uma redução no grau de conversão. Halvorson et al.<sup>8</sup> examinaram o efeito do conteúdo inorgânico no grau de conversão de resinas compostas fotopolimerizáveis, observando que o grau de conversão decaiu progressivamente com o aumento do conteúdo inorgânico.

Dessa forma, podemos sugerir que a menor quantidade de partículas de carga observada na resina Fill Magic Ortodôntico contribuiu para a obtenção de maiores valores de grau de conversão. Enquanto que, a similaridade na quantidade de partículas de carga para as outras duas resinas explicaria os valores de grau de conversão observados para os dois materiais.

Em se tratando da porção orgânica, os efeitos da variação nas concentrações de diluentes, iniciadores e inibidores no grau de conversão das resinas compostas foram evidenciados na literatura<sup>54,82,120</sup>. Sideridou et al.<sup>41</sup>, avaliaram a influência da estrutura química dos dimetacrilatos, comumente utilizados na formulação de resinas odontológicas, no grau de conversão. Em seu estudo, observaram um maior grau de conversão para a amostra composta em 100% (mol) de TEGDMA, e um menor grau de conversão para a amostra composta em 100% (mol) de Bis-GMA. Para as amostras usando os dois monômeros em diferentes proporções, puderam observar que a mistura com maior quantidade (%mol) de TEGDMA apresentou um maior grau de conversão quando comparada àquela com maior quantidade de Bis-GMA. A maior viscosidade e rigidez do monômero Bis-GMA seriam responsáveis por uma diminuição na mobilidade das moléculas dos monômeros e na flexibilidade da cadeia polimérica e, conseqüentemente na frequência e probabilidade de reação entre os monômeros, condição que contribuiria para o menor grau de conversão. O mesmo foi confirmado por outros autores<sup>42,120</sup>.

Yoshida e Greener<sup>53</sup> avaliaram o efeito de várias concentrações de canforquinona (CQ) e (DMAEMA) no grau de conversão de uma resina experimental sem carga. Os resultados obtidos demonstraram que para baixas concentrações de CQ, o aumento da concentração de DMAEMA ocasionou um aumento no grau de conversão da resina. No entanto, Venhoven et al.<sup>55</sup> demonstraram que um aumento na quantidade de agente iniciador sem o aumento na quantidade de amina proporcionou uma diminuição no grau de conversão do material resinoso. Tal fato estaria relacionado ao processo de iniciação, onde cada molécula de canforquinona excitada deve encontrar uma molécula de amina para reagir e assim formar os primeiros radicais. Sendo assim, quando isso não ocorre, a molécula excitada de canforquinona volta ao seu estado normal e o processo não tem início, comprometendo a conversão do monômero. Para as resinas avaliadas neste estudo, as quantidades dos

monômeros e iniciadores não são indicadas, o que limita estabelecermos uma relação com os resultados obtidos.

Com relação à variação na fonte de luz, os valores de grau de conversão não foram influenciados com a variação das fontes, no tempo de 40s. A fotopolimerização com a fonte F2 por 120s proporcionou maiores valores de grau de conversão para os três materiais, indicando que para esta densidade de energia houve um aumento no grau de conversão. O aumento no grau de conversão em função do tempo de exposição à luz também foi observado por Ferracane et al<sup>48</sup>.

Sabe-se que os fatores relacionados a fotoativação, como intensidade de luz, tempo de exposição e densidade de energia interferem no grau de conversão das resinas compostas<sup>49,62,63</sup>. A intensidade de luz irradiada sobre o incremento de material resinoso influencia na conversão do monômero em polímero. Entretanto, na literatura encontramos relatos de que até a profundidade de 2 mm, a variação na densidade de potência e na densidade de energia não ocasionou diferenças significativas nos valores de grau de conversão, como também foi observado em nosso estudo para as duas fontes no tempo de 40s<sup>123</sup>.

A profundidade de cura é um fator relevante na qualidade de polimerização do material, e, o grau de conversão diminui com a profundidade, principalmente para maiores espessuras. A profundidade de no máximo 2 mm tem sido recomendada em pesquisas e pela maioria dos fabricantes por não sofrerem diminuição nos valores de GC. Em nosso estudo, podemos constatar uma diminuição no GC das resinas para os filmes mais distantes (sexto filme) da fonte de luz. A diminuição do grau de conversão em profundidade também poderia ser explicada pela interferência das partículas de carga, uma vez que a luz incidente no material seria parcialmente absorvida, e parcialmente refletida pelas partículas de carga

presentes na matriz, o que atenuaria a passagem da luz para as camadas mais profundas, proporcionando uma redução na eficiência da polimerização.

Vale ressaltar que para todas as medidas de grau de conversão observamos um aumento no grau de conversão nas primeiras 24 horas e, após este período, não se observou mudança significativa nos valores de conversão, para as três resinas. Este comportamento foi descrito de modo semelhante pela literatura<sup>124</sup>. Ferracane<sup>124</sup> observou que o grau de conversão de resinas compostas aumentou com o tempo, principalmente nas primeiras 24 horas, e não houve nenhum aumento após 48 horas, referindo-se ao valor correspondente às 24 horas como o valor máximo de grau de conversão. Segundo Lovell et al.<sup>84</sup>, após a estocagem ao abrigo da luz, a conversão pode aumentar de 5 a 10%, devido à presença de radicais livres que persistem na cadeia após a irradiação ter cessado. Ainda, a natureza heterogênea da cadeia polimérica permite uma conversão adicional durante a armazenagem.

#### **6.4 TRANSIÇÃO VÍTREA**

A Tabela 21 apresenta os resultados de temperaturas de transição vítrea das resinas avaliadas para os grupos ST e CT, utilizando a fonte de luz F1 no tempo de exposição de 40s, e a fonte F2 nos tempos de exposição de 40, 60, 90 e 120s.

As três resinas avaliadas apresentaram maiores valores de  $T_g$  quando fotopolimerizadas com a fonte F1 para as duas condições de tratamento. As resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT apresentaram as maiores temperaturas de  $T_g$  na condição ST. Os menores valores de  $T_g$  (295K e 300K) foram observados para a resina Fill Magic Ortodôntico.

Os três materiais apresentaram alguns dos valores de  $T_g$  dentro da faixa de temperaturas intraorais.

**Tabela 21:** Valores de temperatura de transição vítrea obtidos para as resinas, em função da fonte de luz e tempo de fotopolimerização.

Combinação			T <sub>g</sub> (K)	
Resina	Fonte	Tempo	ST	CT
Fill Magic	F1	40	363	377
Fill Magic	F2	40	308	300
Fill Magic	F2	60	295	338
Fill Magic	F2	90	323	342
Fill Magic	F2	120	357	362
Ortho Lite	F1	40	387	372
Ortho Lite	F2	40	370	332
Ortho Lite	F2	60	380	318
Ortho Lite	F2	90	368	315
Ortho Lite	F2	120	383	307
Transbond	F1	40	384	376
Transbond	F2	40	378	354
Transbond	F2	60	373	340
Transbond	F2	90	378	318
Transbond	F2	120	378	372

No grupo ST, para polimerização com a fonte F2, o tempo de 120s esteve relacionado aos maiores valores de  $T_g$  para as Fill Magic Ortodôntico e Ortho Lite Cure. No grupo CT, a variação no tempo de 40s para 120s proporcionou um aumento na  $T_g$  das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT, alcançando valores acima da faixa de temperaturas intraorais. Além disso, podemos observar que para um tempo de exposição de 120s com a fonte F2 ( $6,24 \text{ J/cm}^2$ ) os valores obtidos para a temperatura de transição vítrea das resinas Fill Magic Ortodôntico e Transbond XT estariam mais próximos àqueles obtidos para a fonte F1 no tempo de exposição de 40s ( $9,8 \text{ J/cm}^2$ ), independente das condições de tratamento.

Com relação ao tratamento térmico, nota-se que a termociclagem influenciou a

temperatura de transição vítrea dos materiais.

Diferenças nas características estruturais de tais resinas poderiam ser relacionadas aos valores de temperatura de transição vítrea observados em nosso estudo. De modo geral, os monômeros envolvidos na reação, o tipo e percentagem de partículas de carga, a presença de ligações cruzadas, entre outros fatores, tem papel importante para o entendimento do comportamento dos materiais resinosos. A  $T_g$  está relacionada com o movimento molecular, em decorrência de mudanças conformacionais do polímero. Em geral, com o aumento das forças intermoleculares ocorre um aumento na  $T_g$ , e do mesmo modo, o aumento da rigidez da cadeia por adição de grupos que impeçam a rotação livre entre ligações simples acarreta o mesmo efeito<sup>9</sup>. Em relação aos principais monômeros presentes na formulação das resinas compostas, características como o alto peso molecular, a presença dos grupos aromáticos e fortes ligações de hidrogênio no monômero Bis-GMA conferem rigidez a sua cadeia e reduzida flexibilidade, contribuindo para uma maior temperatura de transição vítrea. A estrutura molecular do monômero TEGDMA contribui para a flexibilidade e maior mobilidade da cadeia monomérica, reduzindo a  $T_g$ <sup>41</sup>. Sideridou et al.<sup>41</sup> determinaram a temperatura de transição vítrea de monômeros Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e Bis-EMA, e de copolímeros variando-se o tipo e quantidade de monômeros. Em seu estudo, podemos observar que o Bis-GMA apresentou a mais alta temperatura de transição vítrea, enquanto o TEGDMA a mais baixa. Nos copolímeros formados por Bis-GMA e TEGDMA, aquele com maior concentração de Bis-GMA apresentou uma maior  $T_g$ , sendo o mesmo observado nos copolímeros com Bis-GMA e Bis-EMA. Em nosso estudo, como a quantidade de monômeros não são fornecidas pelos fabricantes, fica restrita uma correlação com os resultados de temperatura de transição vítrea.

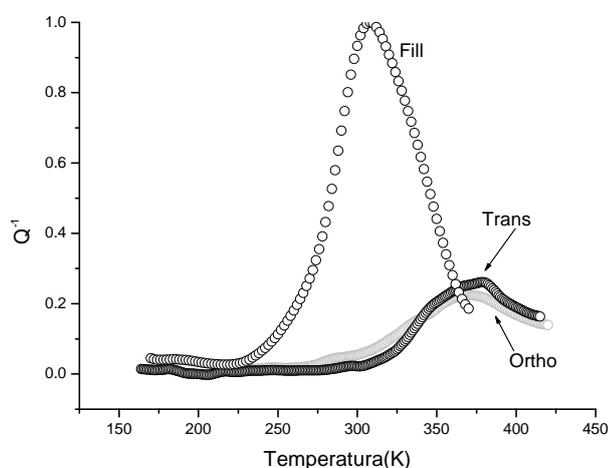
Ainda com relação à porção orgânica, os monômeros dimetacrilatos polimerizam formando cadeias tridimensionais com grande quantidade de ligações cruzadas<sup>42</sup>. A cadeia

polimérica é caracterizada por uma heterogeneidade devido à formação de regiões com maior e menor reticulação<sup>57</sup>. O movimento das cadeias poliméricas é influenciado pela estrutura final do polímero no que refere à densidade de ligações cruzadas presentes na cadeia reticulada. Desta maneira, uma alta densidade de ligações cruzadas na rede polimérica confere rigidez à cadeia com restrição do movimento molecular, estando associado a um alto valor de  $T_g$ . Emami et al.<sup>93</sup> ao determinarem a temperatura de transição vítrea de duas resinas odontológicas, observaram que o maior valor de  $T_g$  observado para um dos materiais estaria relacionado a maior densidade de ligações cruzadas presentes em sua estrutura molecular, com a conseqüente redução da mobilidade das cadeias poliméricas. Além disso, em alguns estudos, o efeito do aumento da quantidade de agentes de ligações cruzadas foi evidenciado nas curvas de  $\tan\delta$  em função da temperatura<sup>94,125</sup>. Os autores observaram que o aumento na densidade de ligações cruzadas no polímero acarretou um alargamento do pico ou estrutura de relaxação, o que estaria relacionado a grande heterogeneidade da cadeia, enquanto o estreitamento do pico poderia evidenciar uma estrutura mais homogênea da cadeia polimérica, estando associado a um menor valor de  $T_g$ .

Com relação ao conteúdo inorgânico, a presença de partículas de carga afeta a  $T_g$  na medida em que sua presença contribui para a rigidez da cadeia polimérica, dificultando o movimento dos segmentos de cadeia e deslocando a  $T_g$  para valores mais altos. Sendo assim, a proporção entre o conteúdo orgânico e inorgânico tende a interferir na transição vítrea do material resinoso. Da mesma forma que a densidade de ligações cruzadas, uma maior quantidade de partículas inorgânicas tem sido associada ao efeito de alargamento e menor intensidade do pico de relaxação, com um maior valor de  $T_g$ .

Neste estudo, maiores valores de  $T_g$  observados para as resinas Transbond XT e Ortho Lite Cure podem estar associados ao maior percentual de conteúdo inorgânico

observado para estes materiais. A temperatura de transição vítrea da resina Transbond XT também foi determinada por Knox et al.<sup>95</sup> Em seu estudo, utilizaram a técnica de DMTA, sendo que resina foi fotopolimerizada inicialmente por 180s e quando removida do molde foi exposta ao tempo adicional de 60s. O valor médio obtido para a  $T_g$  foi de 369,11K. Para a resina Fill Magic Ortodôntico, seu menor conteúdo inorgânico seria responsável pela maior flexibilidade das cadeias poliméricas e, por conseguinte, por menores valores de temperatura de transição vítrea. Podemos observar um alargamento e menor intensidade nos picos de relaxação obtidos para as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT e um estreitamento e maior intensidade do pico obtido para a resina Fill Magic Ortodôntico, conforme ilustrado na Figura 19. Desse modo, a diferença na proporção entre conteúdo orgânico/inorgânico de cada material influenciou nos valores de  $T_g$  obtidos. Além disso, a característica do pico de relaxação de cada material poderia refletir diferenças na estrutura final relacionada a maior ou menor densidade de ligações cruzadas, sugerindo que as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT teriam uma estrutura mais reticulada, enquanto a resina Fill Magic Ortodôntico apresentaria uma cadeia polimérica mais homogênea.



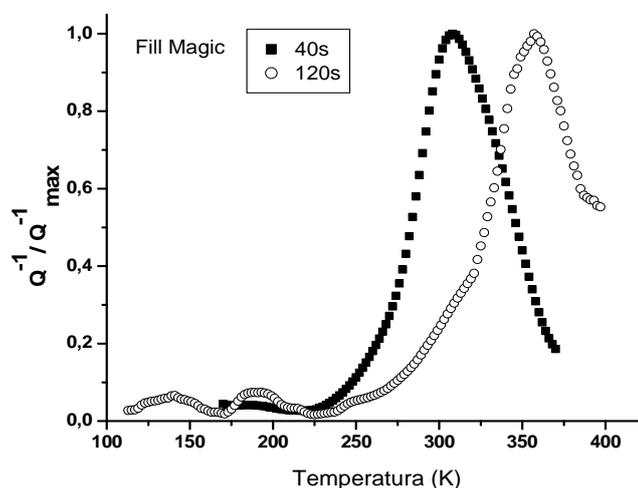
**Figura 19:** Atrito interno em função da temperatura para as resinas Fill Magic Ortodôntico, Ortho Lite Cure e Transbond XT.

Com relação à fonte de luz, podemos observar que a fonte F1, com maior densidade de potência, ocasionou maiores valores de  $T_g$ . Tal fato pode ser explicado pela formação de cadeias moleculares com maior densidade de ligações cruzadas devido à maior intensidade de luz. Segundo Obici et al.<sup>123</sup>, maiores densidades de potência, com uma correta correlação entre os espectros de saída da luz e absorção do fotoiniciador, podem levar a um aumento na densidade de ligações cruzadas. Moreira<sup>57</sup> ao avaliar a temperatura de transição vítrea de duas resinas compostas restauradoras variando-se o tipo e intensidade da fonte de luz, observou que a fotopolimerização com maior intensidade de luz proporcionou maiores valores de  $T_g$  para os dois materiais, o que, segundo o autor, teria sido ocasionado pela maior densidade de ligações cruzadas decorrente da radiação com maior intensidade de luz. Enquanto que uma menor intensidade de luz seria responsável pela formação de cadeias mais lineares, com maior mobilidade molecular reduzindo a  $T_g$ .

Ainda a fotopolimerização com menor densidade de potência proporcionou valores de  $T_g$  dentro da faixa de temperaturas intraorais, o que não foi observado para a fonte com maior densidade de potência. Nesta condição, a obtenção de valores de  $T_g$  situados dentro da faixa de temperaturas intraorais poderia comprometer a qualidade de adesão da resina quando aplicada clinicamente.

Em relação ao tempo de fotopolimerização, o aumento no tempo de exposição à luz esteve relacionado com uma melhora nas propriedades físicas dos materiais. Para os três materiais avaliados podemos observar diferenças no comportamento da  $T_g$  com o aumento do tempo de exposição. Podemos observar que o aumento no tempo de exposição de 40 para 120s ocasionou um aumento de 49K e 62K na  $T_g$  da resina Fill Magic Ortodôntico para as condições ST e CT, respectivamente. O deslocamento do pico ou estrutura de relaxação da

resina Fill Magic Ortodôntico quando o tempo de exposição à luz variou de 40 para 120s para a condição ST, pode ser observado na Figura 20.

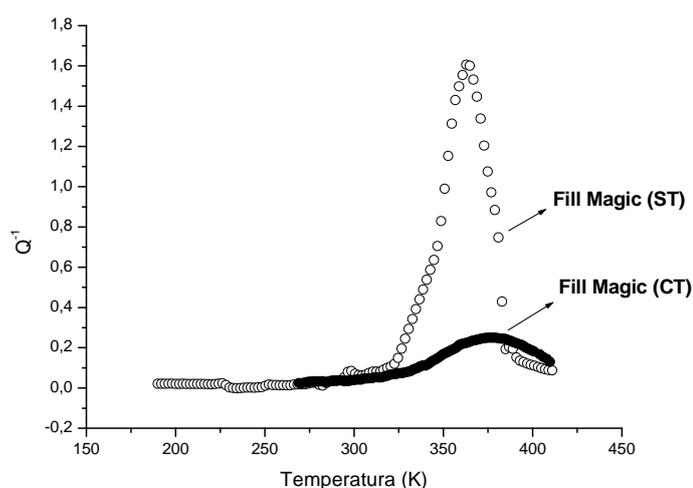


**Figura 20:** Atrito interno em função da temperatura para amostras da resina Fill Magic Ortodôntico sem tratamento térmico, nos tempos de polimerização de 40 e 120s, usando a fonte F2.

Quando o tempo de exposição foi aumentado de 40s para 120s, para a resina Ortho Lite Cure sem tratamento térmico houve um aumento de 13K no valor de  $T_g$ . Com o tratamento térmico, a  $T_g$  deste material decaiu independente do aumento no tempo de exposição à luz. Já para a resina Transbond XT sem tratamento térmico, a variação no tempo de exposição não levou a maiores valores de  $T_g$ , enquanto que para a resina com tratamento térmico, houve um aumento de 18K no valor de  $T_g$ .

Independente da fonte de luz e da variação no tempo de exposição à luz, a termociclagem influenciou na temperatura de transição vítrea das resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT, provocando uma diminuição nos valores de  $T_g$ . Tal fato poderia estar relacionado ao efeito plastificante da água, o qual seria responsável por uma redução nas forças intermoleculares, fazendo decrescer as interações entre as cadeias poliméricas, o que facilitaria o movimento molecular e provocaria uma redução na  $T_g$ . No entanto, para a resina

Fill Magic Ortodôntico com termociclagem, observamos maiores temperaturas de  $T_g$  o que poderia sugerir que esta resina teria uma tendência a sofrer pós cura. Já para esta resina, a água poderia ter influenciado na reação de pós cura, uma vez que o aumento da mobilidade molecular decorrente da ação da água permitiria a reação entre monômeros não reagidos que permaneceram na cadeia após o processo de polimerização inicial. O efeito da água como catalisador da reação de pós-cura foi evidenciado por Mesquita et al.<sup>115</sup>. Além disso, na temperatura de 333K utilizada na termociclagem, o calor também poderia contribuir para a mobilidade das cadeias, permitindo uma polimerização adicional. Ainda, para esta resina, possivelmente as cadeias poliméricas após estarem sujeitas ao movimento, se rearranjaram, e após uma polimerização adicional, houve um aumento na densidade de ligações cruzadas, o que justificaria um aumento no valor da  $T_g$ . Na Figura 21, comparando-se os picos de relaxação da resina Fill Magic Ortodôntico sem e com termociclagem, podemos observar um alargamento e menor intensidade do pico de relaxação obtido para a resina com termociclagem, sendo um indicativo de aumento na densidade de ligações cruzadas no material.



**Figura 21:** Atrito Interno em função da temperatura para as amostras da resina Fill Magic Ortodôntico sem e com tratamento térmico.

Quanto à técnica utilizada para a determinação da  $T_g$ , para a resina Fill Magic Ortodôntico fotoativada com a fonte F2 por 120s sem tratamento térmico, também realizamos a determinação da  $T_g$  utilizando a técnica de DMA, pela qual obtivemos um valor de 359K, estando de acordo com o resultado obtido na espectroscopia mecânica. De tal modo, a espectroscopia mecânica seria uma técnica alternativa no estudo da  $T_g$  de materiais resinosos.

## 6.5 CORRELAÇÃO ENTRE AS PROPRIEDADES AVALIADAS

O comportamento conjunto das propriedades avaliadas com as variáveis (resina, fonte, tempo de exposição e tipo de tratamento) foi medido através do coeficiente de correlação de Pearson ( $r$ ), ao nível de significância de 5%. A Tabela 22 lista os resultados da análise de correlação para as propriedades avaliadas.

**Tabela 22:** Correlação significativa entre as propriedades avaliadas para as variáveis resina, fonte, tempo de exposição e tipo de tratamento.

Combinação			Correlação Significativa ( $p < 0,05$ )	
Resina	Fonte	Tempo	Propriedades	
Ortho Lite	F2	120	Grau de Conversão	Dureza (água)
Transbond	F1	40	Grau de Conversão	Dureza (seco)

A análise de correlação das propriedades avaliadas demonstrou uma forte correlação ( $0,7 < r < 1$ ) somente para as combinações relacionadas na Tabela 22. Para a resina Ortho Lite Cure fotoativada com a fonte F2 por 120s houve uma correlação significativa entre o grau de conversão e a dureza com armazenamento em água. Para a resina Transbond XT fotoativada com a fonte F1 por 40s, a correlação foi significativa para o grau de conversão e a dureza com armazenamento a seco. Desta forma, podemos observar que maiores valores de

GC estão relacionados com maiores valores de dureza. Como observado para as combinações relacionadas, os resultados da pesquisa de Neves et al.<sup>46</sup> apontaram uma forte correlação entre o grau de conversão e a dureza das resinas compostas. Conforme foi salientado, as propriedades físicas e mecânicas das resinas compostas podem ser influenciadas pelo grau de conversão alcançado durante o processo de polimerização. A diminuição no grau de conversão pode afetar as propriedades mecânicas, pois uma inadequada polimerização resultaria em propriedades mecânicas inferiores. Maiores valores de resistência mecânica seriam um indício de uma maior e eficiente polimerização. No entanto, devemos salientar que as propriedades físicas e mecânicas dos materiais resinosos são determinadas pelo grau de conversão associado com outros fatores, uma vez que tais propriedades são também dependentes da formação da cadeia polimérica, o que pode não ser equivalente à conversão do material<sup>124</sup>.

De tal modo, ainda com relação às propriedades avaliadas neste estudo, algumas considerações são pertinentes. A análise dos resultados obtidos para as propriedades avaliadas evidenciou que as resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT tiveram um melhor desempenho para as propriedades mecânicas e transição vítrea, porém com menores valores de grau de conversão. Enquanto a resina Fill Magic Ortodôntico, demonstrou maiores valores de grau de conversão com menores valores de resistência mecânica e  $T_g$ . A interpretação destes resultados pôde ser relacionada às características estruturais dos três materiais no que se refere ao conteúdo inorgânico e densidade de ligações cruzadas como já foi discutido. A estrutura polimérica das resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT teriam influenciado positivamente as propriedades de resistência mecânica e transição vítrea, porém com um efeito de diminuição no grau de conversão. Para a resina Fill Magic Ortodôntico, uma cadeia polimérica mais linear e o menor conteúdo inorgânico teria contribuído para melhores níveis de conversão, mas com menores resultados de resistência e transição vítrea. As propriedades de resistência e

transição vítrea são consideravelmente dependentes da densidade de ligações cruzadas e da qualidade da rede polimérica formada durante a polimerização. Segundo Peutzfeldt<sup>42</sup>, as propriedades de resistência mecânica não são somente influenciadas pelo grau de conversão, mas também pela natureza da estrutura polimérica formada, o que explicaria uma possível falta de correlação entre grau de conversão e propriedades de resistência mecânica, como também pôde ser observado neste estudo. Nos materiais resinosos, uma maior conversão não ocasionaria necessariamente a formação de uma rede rígida e reticulada, uma vez que fatores relacionados à composição e cinética de polimerização, entre outros, são determinantes na estrutura final, fato que pode ser aplicado aos resultados observados para a resina Fill Magic Ortodôntico neste estudo.

## 7 CONCLUSÕES

De acordo com a proposta do trabalho, com base nos resultados analisados e discutidos, podemos concluir que:

*- Com relação às resinas avaliadas:*

- Houve diferenças significativas no comportamento dos materiais para as propriedades físicas e mecânicas avaliadas. As resinas Ortho Lite Cure e Transbond XT apresentaram melhores resultados de resistência ao cisalhamento e dureza, e maiores temperaturas de  $T_g$ , enquanto que a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou maiores valores de grau de conversão;

- Diferenças na estrutura polimérica e no conteúdo inorgânico dos três materiais influenciaram nas propriedades avaliadas.

*- Dos estudos relacionados a fotopolimerização:*

- As variáveis densidade de potência, tempo de exposição e densidade de energia influenciaram nas propriedades avaliadas. O aparelho fotopolimerizador com maior densidade de potência proporcionou melhores resultados de resistência ao cisalhamento, dureza e  $T_g$ .

- A variação no tempo de exposição à luz proporcionou diferenças significativas nos resultados observados para as propriedades avaliadas. Em geral, o aumento no tempo de fotopolimerização esteve relacionado a melhores propriedades de resistência, maiores valores de grau de conversão e  $T_g$ . De tal modo, a densidade de energia foi fator relevante, indicando que as densidades de energia de  $6,24 \text{ J/cm}^2$  (Fonte F2 - 120s) e  $9,28 \text{ J/cm}^2$  (Fonte F1 - 40s) foram capazes de produzir melhores resultados para as propriedades avaliadas.

- *Das variações de temperatura e umidade:*

- A termociclagem influenciou no comportamento dos materiais avaliados para as propriedades de resistência ao cisalhamento e transição vítrea. Na cavidade oral, a umidade e de variações de temperatura tende a influenciar na estabilidade da colagem ortodôntica.

## 8 CONSIDERAÇÕES PARA APLICABILIDADE CLÍNICA

A escolha do material de colagem ortodôntica é uma questão que deve ser analisada com critério. O material deve atender às necessidades do tratamento e do profissional, sendo fundamental que o profissional detenha o conhecimento das características físico-químicas e limitações de uso do material aplicado. Analisando o comportamento observado para as três resinas avaliadas, podemos considerar que os menores valores de resistência e  $T_g$  da resina Fill Magic Ortodôntico pode comprometer a qualidade de adesão da resina quando aplicada clinicamente. No entanto, a fotopolimerização deste material com maior densidade de potência e aumento no tempo de exposição à luz ocasionou melhora em suas propriedades físicas, indicando que tal material necessita de uma determinada quantidade de energia para alcançar um melhor desempenho. Em relação à resina Transbond XT, a observação de ocorrência de fratura dental indica a necessidade de um uso criterioso deste material. O uso de resinas com maior força de adesão, como foi demonstrado por este material, nem sempre é recomendável em elementos dentais que apresentam linhas de fratura em sua superfície, que sofreram clareamento ou perderam a vitalidade há muito tempo, devido ao maior risco de fratura da superfície. Já a resina Ortho Lite Cure demonstrou ter um comportamento intermediário entre os outros dois materiais.

Independente das diferenças nas características das três resinas, os fatores relacionados à fotopolimerização foram determinantes no desempenho final dos materiais avaliados. Diante dos resultados observados, podemos considerar que para aparelhos com densidade de potência menor que  $233 \text{ mW/cm}^2$ , a aplicação do tempo de 40 s pode aumentar a frequência de descolagem. Além disso, a aplicação dos tempos indicados pelos fabricantes (Fill Magic Ortodôntico - 40s, Ortho Lite Cure - 40 a 60s, Transbond XT - 20s) com aparelho de menor densidade de potência pode comprometer a estabilidade clínica dos acessórios.

Portanto, para aparelhos fotopolimerizadores com menor densidade de potência, um aumento no tempo de exposição é indicado. Para a colagem ortodôntica, no entanto, o uso de tempo de exposição prolongado como o de 120s pode ser inconveniente para o profissional por demandar um maior tempo de procedimento clínico, e desse modo o uso de um aparelho fotopolimerizador com densidade de potência acima de  $233 \text{ mW/cm}^2$  pode proporcionar resultados mais satisfatórios sem prolongar a execução do procedimento.

Desta forma, o profissional deve estar atento aos fatores relacionados a fotopolimerização, a fim de obter uma maior eficiência na colagem ortodôntica. Frequentemente, os profissionais não possuem o hábito de aferir a densidade de potência de seus aparelhos fotopolimerizadores e determinar a potência efetiva que está sendo utilizada. Porém o conhecimento da densidade de potência utilizada na prática ortodôntica, assim como da densidade mínima de energia requerida pela resina pode promover melhores propriedades físicas deste material e resultados clínicos.

## 9 SUGESTÕES PARA TRABALHOS FUTUROS

Considerando os resultados obtidos neste trabalho, sugerimos a necessidade de novas pesquisas tais como:

- Estudo qualitativo e quantitativo da composição das resinas, a fim de determinar o tipo e quantidade de monômeros e iniciadores presentes, de modo a relacioná-los com os resultados obtidos para as propriedades avaliadas neste estudo e/ou síntese de uma resina composta para se determinar os efeitos causados por variações na composição nas propriedades físicas e mecânicas;
- Estudo da cinética de polimerização e do efeito do calor na polimerização dos materiais;
- Avaliação da influência do tempo de armazenamento em solventes, como por exemplo, a saliva artificial, nas propriedades físicas e mecânicas das resinas ortodônticas;

## 10 REFERÊNCIAS

---

- 1 BUONOCORE, M. G. A simple method of increasing the adhesion of acrylic filling materials to enamel surfaces. **Journal of Dental Research**, Washington, v.34, n.6, p.849-853, 1955.
- 2 SADLER, J. F. A survey of some commercial adhesives: their possible application in clinical orthodontics. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.44, n.1, p.65, 1958.
- 3 NEWMAN, G. V.; SNYDER, W. H.; WILSON JÚNIOR, C. E. Acrylic adhesives for bonding attachments to tooth surfaces. **Angle Orthodontist**, Appleton, v.38, n.1, p.12-18, 1968.
- 4 NEWMAN, G. V. Adhesion and orthodontic plastic attachments. **American Journal Orthodontics**, Saint Louis, v.56, p.573- 588, 1969.
- 5 ZACHRISSON, B. V. A. A posttreatment evaluation of direct bonding in orthodontics. **American Journal Orthodontics**, Saint Louis, v.71, n.2, p.173-189, 1977.
- 6 FILHO, D. I.; da SILVA, T. B. C.; SIMPLÍCIO, A. H. M.; LOFFREDO, L. C. M.; RIBEIRO, R. P. Avaliação in vitro da força de adesão de materiais de colagem em ortodontia: Ensaio Mecânicos de Cisalhamento. **Rev Dental Press de Ortodontia e Ortopedia Facial**, Maringá, v.9, n.1, p.39-48, 2004.
- 7 ABATE, P. F.; ZAHRA, V. N.; MACCHI, R. L. Effect of photopolymerization variables on composite hardness. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, Saint Louis, v.86, n.6, p.632-635, 2001.
- 8 HALVORSON ,R. H.; ERICKSON, R.L.; DAVIDSON, C. L. The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. **Dental Materials**, Kidlington, v.19, p.327-333, 2003.
- 9 MARINHO, J. R. D. **Macromoléculas e polímeros**. São Paulo: Manole, 2005.
- 10 CALLISTER, W. D. J. **Ciência e engenharia de materiais**. 5.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.
- 11 ELIADES, T.; JOHNSTON, W. M.; ELIADES, G. Direct light transmittance through ceramic brackets. **American Journal Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.107, n.1, p.11-18, 1995.
- 12 JONKE, E.; FRANZ, A.; FREUDENTHALER, J.; KONIG, F.; BANTLEON, H.; SCHEDLE, A. Cytotoxicity and shear bond strength of four orthodontic adhesive systems. **European Journal Orthodontics**, Oxford, v.30, p.495-502, 2008.

- 
- 13 ELIADES, T.; ELIADES, G.; BRADLEY, T. G.; WATTS, D. C. Degree of cure of orthodontic adhesives with various polymerization initiation modes. **European Journal Orthodontics**, Oxford, v.22, p.395-399, 2000.
- 14 SPIERING, T. A. M.; PETERS, M. C. R. B.; BOSMAN, F.; PLASSCHAERT, A.J.M. Verification of theoretical modeling of heat transmission in teeth by in vivo experiments. **Journal of Dental Research**, Washington, v.66, p.1336-1339, 1987.
- 15 PALMER, D. S.; BARCO, M. T.; BILLY, E. J. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. **The Journal of Prosthetic Dentistry**, Saint Louis, v.67, p.325-327, 1992.
- 16 MIN, B. G.; STACHURSKI, Z. H. Cure kinetics of elementary reactions of a DGEBA/DDS epoxy resin: 1. Glass transition temperature *versus* conversion. **Polymer**, Oxford, v.34, n.23, p. 4908-4912, 1993.
- 17 BUSATO, A. L. S. **Dentística**: restaurações em dentes anteriores. São Paulo: Artes Médicas, 1997.
- 18 BOWEN, R. L. Dental filling material comprising vinyl-sinale-treated fused silica and binder consisting of the reaction product of bisphenol and glycidyl methacrilate. US Patent 3, 006,112, 1962.
- 19 BOWEN, R. L. Properties of silica reinforced polymer of dental restorations. **Journal of the American Dental Association**, Chicago, v.1, n.66, p.57-64, 1963.
- 20 SWANSON, L. T.; BECK, J. F. Factors affecting bonding to human enamel with special reference to a plastic adhesive. **Journal of the American Dental Association**, Chicago, v.61, p.582-586, 1960.
- 21 NEWMAN, G. V. Epoxy adhesives for orthodontic attachments: progress report. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.51, n.12, p.901-912, 1965.
- 22 MITCHELL, D. L. Bandless orthodontic bracket. **JADA**, São Paulo, v. 74, n.1, p.103-110, 1967.
- 23 MIZRAHI, E.; SMITH, D.C. Direct cementation of orthodontic brackets to dental enamel. **British Dental Journal**, London, v.127, p.371-375, 1969.
- 24 CUETO, H. I. A little bit of history: The first direct bonding in orthodontia. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.98, n.3, p.276-277, 1990.
- 25 RETIEF, D. H.; DREYER, C. J.; GAVRON, G. The direct bonding of orthodontic attachments to teeth by means of epoxy resin adhesive. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.58, p.21-40, 1970.

- 
- 26 MIURA, F.; NAKAGAWA, K.; MASUHARA, E. New direct bonding system for plastic brackets. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.59, p.350-361, 1971.
- 27 SILVERMAN, E.; COHEN, M.; GIANELLY, A. A.; DIETZ, V. S. A universal direct bonding system for both metal and plastic brackets. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.62, p.236-244, 1972.
- 28 COHL, M. E.; GREEN, L. J.; EICK, J. D. Bonding of clear plastic orthodontic brackets using an ultraviolet sensitive adhesive. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.62, p.400-411, 1972.
- 29 TAVAS, M. A.; WATTS, D. C. Bonding of orthodontic brackets by transillumination of a light activated composite: an in vitro study. **British Journal of Orthodontics**, Oxford, v.6, n.4, p.207-208, 1979.
- 30 TAVAS, M. A.; WATTS, D. C. A visible light-activated direct bonding material: an in vitro comparative study. **British Journal of Orthodontics**, Oxford, v.11, n.1, p.33-37, 1984.
- 31 KING, L.; SMITH, R.T.; WENDT Jr. S.L.; BEHRENTS, R.G. Bond strength of lingual orthodontic brackets bonded with light-cured composite resins cured by transillumination. **American Journal Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.91, n.4, p.312-315, 1987.
- 32 O'BRIEN, K. D.; READ, M. J. F.; SANDISON, R. J.; ROBERTS, C. T. A visible light-activated direct-bonding material: an in vivo comparative study. **American Journal Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v. 95, n.4, p.348-351, 1989.
- 33 GALINDO, H. R. A.; SADOWSKY, P. L.; VLACHOS, C.; JACOBSON, A.; WALLACE, D. An in vivo comparison between a visible light-cured bonding system and a chemically cured bonding system. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.113, n.3, p.271-275, 1998.
- 34 AASRUM, E.; NG'ANG'A, P.M.; DAHM, S.; OGAARD, B. Tensile bond strength of orthodontic brackets bonded with a fluoride-releasing light-curing adhesive. An in vitro comparative study. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.104, n.1, p.48-50, 1993.
- 35 SINHA, P. K.; NANDA, R. S.; DUNCANSON, M. G.; HOSIER, M. J. In vitro evaluation of matrix-bound fluoride-releasing orthodontic bonding adhesives. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.111, n.3, p.276-282, 1997.

- 
- 36 RIX, D.; FOLEY, T. F.; BANTING, D.; MAMANDRAS, A. A comparison of fluoride release by resinmodified GIC and polyacid-modified composite resin. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.120, n.4, p.398-405, v.120, n.4, 2001.
- 37 COHEN, W. J.; WILTSHIRE, W. A.; DAWES, C.; LAVELLE, C. L. B. Long-term in vitro fluoride release and rerelease from orthodontic bonding materials containing fluoride. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.124, n.5, p.572-576, 2003.
- 38 EWOLDSSEN, N.; DEMKE, R. S. A review of orthodontics cements and adhesives. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.120, p.45-48, 2001.
- 39 MORENO, V. B.; RIBEIRO, M.; MELO, A. T. Compômero: principais propriedades e indicações. **Revista Biociências**, Taubaté, v.6, n.2, p.49-54, 2000.
- 40 MANO, E. B.; MENDES, L. C. **Introdução a polímeros**. 2.ed. São Paulo: Edgar Blücher, 1999.
- 41 SIDERIDOU, I.; ACHILIAS, D. S.; KYRIKOU E. Effect of chemical structure on the degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, Surrey, v.23, p.1819-1829, 2002.
- 42 PEUTZFELDT, A. Resins composites in dentistry: the monomer systems. **European Journal of Oral Sciences**, Copenhagen, v.105, p.97-116, 1997.
- 43 LANDUYT, K. L. V. et al.. Systematic review of the chemical composition of contemporary dental adhesives. **Biomaterials**, Surrey, v. 28, p.3757-3785, 2007.
- 44 ANUSAVICE, K.J. **Phyllips materiais dentários**. 10.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998.
- 45 VENHOVEN, B. A. M.; GEE, A. J.; WERNER, A.; DAVIDSON, C. L. Influence of filler parameters on the mechanical coherence of dental restorative resin composite. **Biomaterials**, Surrey, v.7, n.7, p.735-740, 1996.
- 46 NEVES, A. D.; DISCACCIATI, J. A. C.; ORÉFICE, R. L.; JANSEN, W. C. Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. **Pesquisa Odontológica Brasileira**, São Paulo, vol.16, n.4, p. 349-354, 2002.
- 47 VERSLUIS, A.; DOUGLAS, W. H.; SAKAGUCHI, R. L. Thermal expansion coefficient of dental composites measured with strain gauges. **Dental Materials**, Kidlton, v.12, p.290-294, 1996.

- 
- 48 FERRACANE, J. L.; MITCHEM, J. C.; CONDON J. R.; TODD, R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. **Journal of Dental Research**, Washington, v.76, p.1508-1516, 1997.
- 49 ALVES, B. E. **Efeito de técnicas de fotoativação na adaptação marginal e dureza Knoop de um compósito restaurador fotoativado por três fontes de luz**. 2005. 121 f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba, 2005.
- 50 POULOS, J.G.; STYNER, D.L. Curing lights: changes in intensity output with use over time. **General Dentistry**, Chicago, v.45, n.1, p.70-73, 1997.
- 51 NOMOTO, R. Effect of wavelength on polymerization of light-cured resins. **Dental Materials**, Kidlington, v.16, n.1, p.60-73, 1997.
- 52 STAHL, F.; ASHWORTH, S. H.; JANDT, K. D.; MILLS, R. W. Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential. **Biomaterials**, Surrey, v.21, p.1379-1385, 2000.
- 53 YOSHIDA, K.; GREENER, E. H. Effect of photoinitiator on degree of conversion of unfilled light-cured resin. **Journal of Dentistry**, Bristol, v.22, p.296-299, 1994.
- 54 SCHNEIDER, L. F. J.; PFEIFER, C. S. C.; CONSANI, S.; PRAHL, S. A.; FERRACANE, J. L. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. **Dental Materials**, Kidlington, v.24, p.1169-1177, 2008.
- 55 VENHOVEN, B. A.; DE GEE, A. J.; DAVIDSON, C.L. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. **Biomaterials**, Surrey, v.17, n.24, p.2313-2318, 1996.
- 56 BISPO, L. B. Diodos emissores de luz: o comprimento de onda e sua importância. **Revista Dentística on line**, Recife, v.7, n.16, p.110-113, 2007.
- 57 MOREIRA, F. A. **O estudo do efeito de dois modos de fotopolimerização nas propriedades mecânicas e térmicas de duas marcas de resinas dentais comerciais**. 2005. 76 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia Química, Universidade Estadual de Campinas, Campinas, 2005.
- 58 GUIRALDO, R. D.; CONSANI, S.; SINHORETI, M. A. C.; CORRER-SOBINHO, L.; CONSANI, R. L. X.; FUGOLIN, A. P. P. Avaliação da densidade de potência e do espectro de luz de fotoativadores usados em consultórios odontológicos. **Ciência Odontologia Brasileira**, São José dos Campos, v.11, n.4, p.86-90, 2008.

- 
- 59 MACHADO, C. T.; SANTOS, A. J. S.; SEABRA, B. G. M.; HYPPOLITO, M. P.; LANVERLY, B. C. S. Novos tipos de fontes fotopolimerizadoras existentes no mercado: conceitos atuais. **Odontologia Clínica-Científica**, Recife, v.6, n.3, p.207-211, 2007.
- 60 THIND, B. S.; STIRRUPS, D. R.; LLOYD, C. H. A comparison of tungsten-quartz-halogen, plasma arc and light-emitting diode light sources for the polymerization of an orthodontic adhesive. **European Journal of Orthodontics**, Oxford, v.28, p.78-82, 2006.
- 61 HERBSTTRITH SEGUNDO, R. M.; MOTA, E. G.; OSHIMA, H. M. S.; BALBINOT, C. E.; BONDAN, J.; COELHO, L. F. B. Influência do método de polimerização na microdureza de compósitos microhíbridos armazenados em água destilada. **Revista Odonto Ciência**, Porto Alegre, v.22, n.58, p.317-320, 2007.
- 62 NEVES, A. D.; DISCACCIATI, J. A. C.; ORÉFICE, R. L.; YOSHIDA, M. I. Influence of the power density on the kinetics of photopolymerization and properties of dental composites. **Journal of Biomedical Materials Research Part B-Applied Biomaterials**, Hoboken, v.72B, n.2, p.393-400, 2005.
- 63 DISCACCIATI, J. A. C.; NEVES, A. D.; ORÉFICE, R. L.; PIMENTA, F. J. G. S.; SANDER, H. S. Effect of light intensity and irradiation time on the polymerization process of a dental composite resin. **Materials Research**, São Carlos, v.7, n.2, p.313-318, 2004.
- 64 SANTOS, L. A.; TURBINO, M. L.; YOUSSEF, M. N.; MATSON, E. Microdureza de resina composta: efeito de aparelhos e tempos de polimerização em diferentes profundidades. **Pesquisa Odontológica Brasileira**, São Paulo, v.14, n.1, p.65-70, 2000.
- 65 MENEGAZZO, L. M. **Estudo do grau de Conversão e dureza em compósitos odontológicos fotopolimerizáveis**. 2007. 77f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia – Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2007.
- 66 RUEGGERBERG, F. A.; CAUGHMAN, W. F.; CURTIS, J. W. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. **Operative Dentistry**, Washington, v.19, p.26-32, 1994.
- 67 MONDELLI, A. L. **Estudo comparativo da resistência adesiva da interface resina/bráquete, sob esforços de cisalhamento, empregando três resinas compostas e três tipos de tratamento na base do bráquete**. 2004. 157f. Tese (Doutorado) - Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, Bauru, 2004.
- 68 KEIZER, S.; TEN CATE, J. M.; ARENDS, J. Direct bonding of orthodontic brackets. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v.69, p.318-327, 1976.

- 
- 69 KNOLL, M.; GWINNETT A. J.; WOLFF M. S. Shear bond strenght of brackets bonded to anterior and posterior teeth. **American Journal of Orthodontics**, Saint Louis, v. 89, p. 476-79, 1986.
- 70 REYNOLDS, I.R. A review of direct orthodontic bonding. **British Journal Orthodontics**, Oxford, v. 2, p.171-78, 1975.
- 71 MAIJER, R.; SMITH, D.C. Variables influencings the bond strength of metal orthodontics bracket bases. **American Journal Orthodontics**, Saint Louis, v. 79, p.20-34, 1981.
- 72 SOUZA, C.S.; FRANCISCONI, P. A. S.; ARAÚJO, P. A. de. Resistência de união de cinco cimentos utilizados em ortodontia. **Revista da Faculdade de Odontologia de Bauru**, Bauru, v.7, n.1/2, p.15-21, 1999.
- 73 PICKETT, K. L.; SADOWSKY, P. L.; JACOBSON, A.; LACEFIELD, W. Orthodontic in vivo bond strength: Comparison with in vitro results. **Angle Orthodontist**, Appleton, v.71, n.2, p.141-148, 2001.
- 74 SANTOS, P. C. F. **Avaliação da resistência à tração de bráquetes cerâmicos e metálicos colados em ambiente úmido**. 1999. 152f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, São Paulo, 1999.
- 75 NETO, J. O. A. P. C.; MIGUEL, J. A. M. Uma análise dos testes in vitro de força de adesão em Ortodontia. **Revista Dental Press de Ortodontia e Ortopedia Facial, Maringá**, v.9, n.4, p.44-51, 2004.
- 76 INTERNATIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. ISO - **TR 11405**: Dental Materials – Guidance on testing of adhesion to tooth structure. Suíça, 1994.
- 77 GARCIA, A.; SPIM, J, A.; SANTOS, C. A. **Ensaio dos Materiais**. Rio de Janeiro: LCT, 2000.
- 78 ASMUSSEN, E. Restorative resins: hardness and strength vs. quantity of remaining double bonds. **Scandinavian Journal of Dental Research**, Copenhagen, v.90, p.484-489, 1982.
- 79 FERRACANE, J. L. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dental Materials**, Kidlington, v.1, p.11-14, 1985.
- 80 DeWALD, J. P.; FERRACANE, J. L. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. **Journal of Dental Research**, Washington, v.66, n.3, p.727-730, 1987.

- 
- 81 CHUNG, K. H.; GREENER, H. E. Degree of conversion of seven visible light-cured posterior composites. **Journal of Oral Rehabilitation**, Oxford, v.15, p.555-560, 1988.
- 82 FERRACANE, J. L.; GREENER, E. H. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. **Journal of Biomedical Materials Research**, Hoboken, v.20, p.121-131, 1986.
- 83 SILIKAS, N.; ELIADES, G.; WATTS, D.C. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. **Dental Materials**, Kidlington, v.16, p.292-296, 2000.
- 84 LOVELL, L. G.; NEWMAN, S. M.; DONALDSON, M. M.; BOWMAN, C. N. The effect of light intensity on double conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. **Dental Materials**, Kidlington, v.19, p.458-465, 2003.
- 85 SALA, O. **Fundamentos da espectroscopia Raman e no infravermelho**. São Paulo: Ed. UNESP, 1996.
- 86 LIN, Y.; STANBURY, J.W. Kinetics studies of hybrid structure formation by controlled photopolymerization. **Polymer**, London, v.44, n.17, p.4781-4789, 2003.
- 87 TRUJILLO, M.; NEWMAN, S.M.; STANBURY, J.W. Use of near-IR to monitor the influence of external heating on dental composite photopolymerization. **Dental Materials**, Kidlington, v.20, p.766-777, 2004.
- 88 GUARANY, C. A. **Estudo de materiais ferroelétricos por espectroscopia no infravermelho**. 2004. 89 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.
- 89 CANEVALORO JÚNIOR, S. V. **Técnicas de caracterização de polímeros**. São Paulo: Artiliber, 2002.
- 90 STANSBURY, J. W.; DICKENS, S. H. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dental Materials**, Kidlington, v.17, p.71-79, 2001.
- 91 CANEVALORO JÚNIOR, S. V. **Ciência dos polímeros**. São Paulo: Artiliber, 2002.
- 92 GLATZ-REICHENBACH, J. K. W.; SORRIERO, L. J.; FITZGERALD, J. J. Influence of cross-linking on the molecular relaxation of an copolymer near its glass-transition temperature. **Macromolecules**, Easton, v.27, n.6, p.1338-1343, 1994.
- 93 EMAMI, N.; SÖDERHOLM, K.-J. M. Dynamic mechanical thermal analysis of two light-cured dental composites. **Dental Materials**, Kidlington, v.21, p.977-983, 2005.

- 
- 94 MAFFEZZOLI, A.; DELLA PIETRA, A.; RENGO, S.; NICOLAIS, L.; VALLETTA, G. Photopolymerization of dental composite matrices. **Biomaterials**, Surrey, v.15, n.15, p.1221-1228, 1994.
- 95 KNOX, J.; JONES, M. L.; HUBSCH, P.; MIDDLETON, J. The influence of orthodontic adhesive properties on the quality of orthodontic attachment. **Angle Orthodontist**, Appleton, v.70, n.3, p.241-246, 2000.
- 96 FLORÊNCIO, O.; SILVA JÚNIOR, P. S.; BOTTA FILHO, W. J.; GRANDINI, C.R. Espectroscopia mecânica na liga Nb-1,09%Zr. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, Rio de Janeiro, v.24, n.2, p.125-128, 2005.
- 97 NIEMEYER, T. C.; ALMEIDA, L. H.; GRANDINI, C.R.; FLORÊNCIO, O. Efeito do oxigênio intersticial no espectro anelástico de uma liga Nb-0,3%pTi contendo 0,08%p O. **Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo**, Rio de Janeiro, v.22, n.1, p.31-34, 2003.
- 98 NOGUEIRA, R. A. **Efeito do oxigênio nas propriedades anelásticas da liga Ti-10Mo para aplicação biomédica**. 2008. 104f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Ciências, Universidade Estadual Paulista, Bauru, 2008.
- 99 NOWICK, A.S.; BERRY B.S. **Anelastic relaxation in crystalline solids**. New York: Academic Press, 1972.
- 100 EISENBERG, A.; EU, B. C. Mechanical spectroscopy: an introductory review. **Annual Review of Materials Science**, Palo Alto, v.6, p.335-359, 1976.
- 101 McCRUM, N. G. **Anelastic and dielectric effects in polymeric solids**. London: John Wiley, 1967.
- 102 PASCOTTO, R. Materiais de colagem e cimentação em ortodontia – Parte II – Sistemas Adesivos. **Revista Dental Press de Ortodontia e Ortopedia Facial**, Maringá, v.7, n.3, p.121-28, 2002.
- 103 ROMANO, F. L. **Avaliação in vitro da resistência ao cisalhamento de bráquetes metálicos colados em várias condições de esmalte**. 2003. 180 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual de Campinas, Piracicaba, 2003.
- 104 VERONEZI, M. C. **Influência da ciclagem térmica e do método de avaliação na determinação da microinfiltração em restaurações de resina composta**. 2000. 222 f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia, Universidade de São Paulo, Bauru, 2000.
- 105 FRANCISCONI, P. A. S.; SOUZA, C. S.; de SCUCUGLIA, L. R.; ROSA, H. M. Influência da termociclagem na análise da resistência ao cisalhamento do cimento de ionômero de vidro (Fuji Ortho LC) e da resina composta (Concise Ortodôntico), utilizados na

---

colagem de bráquetes ortodônticos. **Revista da Faculdade de Odontologia de Bauru**, Bauru, v. 8, n. 3/4, p.9-14, 2000.

106 AGUILAR, L. T.; REZENDE, N. P. M.; LOUGUERCIO, A. D.; GRANDE, R. H. M.; BALLESTER, R. Y.; SINGER, J. da M. Tensile bond strength of adhesive systems – effects of primer and thermocycling. **Pesquisa Odontológica Brasileira**, São Paulo, v.16, n.1, p.37-42, 2002.

107 HARRIS, A. M. P.; JOSEPH, V. P.; ROSSOUW, E. Comparison of shear bond strengths of orthodontic resins to ceramic and metal brackets. **Journal of Clinical Orthodontics**, Boulder, v.24, n.12, p.725-728, 1990.

108 ONOFRE, N. M. L.; RETAMOSO, L. B.; MARCHIORO, E. M.; BERTHOLD, T. B. Atuação da luz halógena e do LED(LIGHT EMITTING DIODE) na resistência de união de “brackets” colados no esmalte dentário humano. **Revista Odonto Ciência**, Porto Alegre, v.22, n.57, p.238-242, 2007.

109 BEECH, D. R.; JAKALY, T. Clinical and laboratory evaluation of some orthodontic direct bonding systems. **Journal of Dental Research**, Washington, v.60, n.6, p.972-78, 1981.

110 SEIXAS, M. M. D. **Estudo de propriedades físicas de materiais adesivos ortodônticos**. 2005. 68 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2005.

111 ROCHA, R. S. F. **Estudo de propriedades físico-químicas de resinas odontológicas: grau de conversão, dureza e expansão térmica**. 2006. 74 f. Dissertação (Mestrado) – Faculdade de Engenharia, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2006.

112 PRICE, R. B. T.; FELIX, C. A.; ANDREOU, P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights. **Biomaterials**, v.25, p.4465-4477, 2004.

113 VANDEWALLE, K. S.; FERRACANE, J. L.; HILTON, T. J.; ERICKSON, R. L.; SAKAGUCHI, R. L. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. **Dental Materials**, Kidlington, v.20, p.96-106, 2004.

114 COFFEY, O.; RAY, N. J.; LYNCH, C. D.; BURKE, F. M.; HANNIGAN, A. In vitro study of surface microhardness of a resin composite exposed to a quartz-halogen lamp. **Quintessence International**, Berlin, v.35, n.10, p.795-800, 2004.

115 MESQUITA, R. V.; GEIS-GERSTORFER, J. Influence of temperature on the visco-elastic properties of direct and indirect dental composite resins. **Dental Materials**, Kidlington, v.24, p.623-632, 2008.

- 
- 116 WEBSTER, M. J.; NANDA, R. S.; DUNCANSON, M. G.; KHAJOTIA, S. S.; SINHA, P. K. The effect of saliva on the shear bond strengths of hydrophilic bonding systems. **American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics**, Saint Louis, v.119, n.1, p.54-58, 2001.
- 117 GUIMARÃES, F. B. R.; GOMES, H. R.; FONSECA, R. S.; BARROS, L.M.; MARINHO, V. A.; FREITAS, A. B. D. A. Influência do tempo de fotopolimerização de diferentes resinas compostas na sorpção de água. **Revista Odonto Ciências**, Porto Alegre, v.23, n.1, p.67-71, 2008.
- 118 FERRACANE, J. L.; BERGE, H. X.; CONDON, J. R. In vitro aging of dental composites in water—Effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. **Journal of Biomedical Material Research**, Hoboken, v.42, p.465-472, 1998.
- 119 CALAIS, J. G.; SÖDERHOLM, K. J. M. Influence of type and water exposure on flexural strength of experimental composite resins. **Journal of Dental Research**, Washington, v.67, n.5, p.836-840, 1988.
- 120 MENDES, L. C.; TEDESCO, A. D.; MIRANDA, M. S. Determination of degree of conversion as function of depth of a photo-initiated dental restoration composite. **Polymer Testing**, Essex, v.24, p.418-422, 2005.
- 121 RUYTER, I. E.; OYASED, H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light-activated composite materials. **Acta Odontologica Scandinavica**, Oslo, v.40, p.179-192, 1982.
- 122 LAWRENCE, E. N.; LANDEL, R. F. **Mechanical properties of polymers and composites**. 2 ed. New York: Marcel Dekker INC; 1994.
- 123 OBICI, A. C.; SINHORETI, A. C.; FROLLINI, E.; SOBRINHO, L. C.; CONSANI, L. C. Degree of conversion and Knoop hardness of Z250 composite using different photo-activation methods. **Polimer Testing**, Essex, v.24, p.814-818, 2005.
- 124 FERRACANE, J. L. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dental Materials**, Kidlington, v.1, n.11-14, 1985.
- 125 LU, H.; LOVELL, L. G.; BOWMAN, C. N. Exploiting the heterogeneity of cross-linked photopolymers to create high-Tg polymers from polymerizations performed at ambient conditions. **Macromolecules**, Easton, v.34, p.8021-8025, 2001.

## 9 ANEXOS

## Medidas de Resistência ao Cisalhamento, Dureza e Grau de Conversão.

## A - Resistência ao Cisalhamento

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (MPa)					
GRUPO I (Fonte F1 - Tempo 40s - Sem termociclagem)			GRUPO II (Fonte F1 - Tempo 40s - Com termociclagem)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
13,21	21,18	17,71	13,11	15,71	14,71
11,39	15,14	14,06	16,11	16,7	15,64
17,05	13	20,8	16,4	14,38	18,27
8,32	13,86	23,93	18,06	13,05	11,34
8,98	17,2	24,83	17,43	15,91	16,86
11,67	15,82	15,69	23,5	17,25	11,76
13,21	16,2	17,93	17,88	12,83	11,99
14,6	10,24	14,06	13,49	20,12	17,07
14,81	10,02	13,54	13,8	11,32	13,6
16,46	14,38	26,24	12,97	15,95	16,35
<b>12,97* (2,92)†</b>	<b>14,70* (3,29)†</b>	<b>18,88* (4,78)†</b>	<b>16,27* (3,23)†</b>	<b>15,32* (2,53)†</b>	<b>14,76* (2,47)†</b>

\* Valor médio † Desvio Padrão

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (MPa)					
GRUPO III (Fonte F2 - Tempo 40s - Sem termociclagem)			GRUPO IV (Fonte F2 - Tempo 40s - Com termociclagem)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
7,71	10,75	19,81	10,59	12,79	24,1
1,92	16	7,22	8,69	11,29	18,17
11,4	16,81	13,26	13,04	11,34	18,13
6,78	13,82	20,91	17,94	9,69	24,66
2,65	16,11	10,79	7,4	8,94	10,65
8,89	19,29	6,7	13,39	12,04	19,14
9,5	11,46	15,7	16,04	8,04	14,94
3,97	8,143	18,06	8,54	7,47	19,43
6,41	12,73	18,23	16,49	10,99	19,06
2,87	13,74	16,92	7,45	17,94	20,62
<b>6,21* (3,24)†</b>	<b>13,88* (3,28)†</b>	<b>14,76* (5,07)†</b>	<b>11,95* (3,96)†</b>	<b>11,05* (2,98)†</b>	<b>18,89* (4,06)†</b>

\* Valor médio † Desvio Padrão

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (MPa)					
GRUPO V (Fonte F2 - Tempo 60s - Sem termociclagem)			GRUPO VI (Fonte F2 - Tempo 60s - Com termociclagem)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
12,59	18,77	6,87	9,03	9,89	13,42
10,8	13,73	13,45	14,99	13,89	21,88
15,42	16,00	8,9	14,34	12,39	19,63
13,93	19,71	8,74	16,24	16,84	18,56
11,54	9,65	12,56	19,93	7,91	12,01
13,9	10,18	13,37	15,64	18,88	20,35
9,86	12,46	17,48	16,29	7,45	15,25
11,57	11,46	12,92	9,03	14,16	10,14
14	19,86	10,79	8,92	9,15	12,4
8,94	13,54	16,78	12,51	7,42	12,56
<b>12,25* (2,07)‡</b>	<b>14,53* (3,85)‡</b>	<b>12,18* (3,42)‡</b>	<b>13,69* (3,73)‡</b>	<b>11,80* (4,08)‡</b>	<b>15,62* (4,14)‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (MPa)					
GRUPO VII (Fonte F2 - Tempo 90s - Sem termociclagem)			GRUPO VIII (Fonte F2 - Tempo 90s - Com termociclagem)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
17,06	14,4	11,86	21,83	21,19	19,41
12,85	16,85	13,14	14,04	20,17	18,45
12,46	13,81	11,56	18,34	17,95	27,63
14,17	18,83	21,49	19,19	17,49	24,37
19,77	12,26	18,37	22,89	16,3	27,65
15,72	11,42	16,48	13,79	6,02	18,47
20,57	20,02	24,73	14,14	18,02	22,32
14,85	11,78	13,57	17,79	19,03	23,11
16,1	17,85	24,31	9,63	16,7	20,82
15,62	22,19	14,27	4,88	19,88	22,72
<b>15,92* (2,65)‡</b>	<b>15,94* (3,75)‡</b>	<b>16,98* (5,00)‡</b>	<b>15,65* (5,53)‡</b>	<b>17,27* (4,25)‡</b>	<b>22,49* (3,36)‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

RESISTÊNCIA AO CISALHAMENTO (MPa)					
GRUPO IX (Fonte F2 - Tempo 120s - Sem termociclagem)			GRUPO X (Fonte F2 - Tempo 120s - Com termociclagem)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
6,41	18,82	22,37	9,09	18,5	24,24
14,94	9,23	18,46	10,54	15,89	18,78
15,83	13,48	13,38	18,79	23,67	19,95
6,95	8,18	16,65	20,23	14,04	19,37
14,12	8,63	26,72	13,19	18,42	13,73
10,68	6,61	14,91	17,59	18,7	26,09
4,51	13,49	17,24	19,04	18,23	18,17
15,86	12,59	16,75	8,94	17,44	25,35
7,32	15,18	15,64	11,34	8,13	24,44
7,08	19,78	22,32	7,81	17,44	26,63
<b>10,37* (4,43) ‡</b>	<b>12,60* (4,48) ‡</b>	<b>18,44* (4,11) ‡</b>	<b>13,65* (4,79) ‡</b>	<b>17,04* (3,97) ‡</b>	<b>21,67* (4,27) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

### B - Dureza

DUREZA (N/mm <sup>2</sup> )					
GRUPO 1 (Fonte F1 - Tempo 40s – Meio seco)			GRUPO 2 (Fonte F1 - Tempo 40s – Meio aquoso)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
31,65	57,64	45,89	31,27	53,1	50,75
27,43	54,14	55,88	32,26	57,53	50,17
29,82	57,06	56,02	28,98	54,17	53,78
34,14	53,17	58,48	30,22	55,14	53,08
33,66	54,6	57,64	31,78	57,4	51,09
<b>31,34* (2,78) ‡</b>	<b>55,32* (1,53) ‡</b>	<b>54,78* (5,09) ‡</b>	<b>30,90* (1,31) ‡</b>	<b>55,47* (1,96) ‡</b>	<b>51,77* (1,56) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

DUREZA (N/mm <sup>2</sup> )					
GRUPO 3 (Fonte F2 - Tempo 40s – Meio Seco)			GRUPO 4 (Fonte F2 - Tempo 40s – Meio Aquoso)		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
24,64	49,11	47,21	31,99	53,54	53,47
30,37	47,22	47,64	35,61	55,79	50,36
28,25	49,89	45,74	27,82	56,29	48,4
28,16	47,21	45,1	27,6	52,85	51,47
31,1	51,61	50,22	30,46	58,18	52,63
<b>28,50* (2,52) ‡</b>	<b>49,00* (1,87) ‡</b>	<b>47,18* (2,00) ‡</b>	<b>30,69* (3,30) ‡</b>	<b>55,33* (2,15) ‡</b>	<b>51,26* (1,99) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

<b>DUREZA (N/mm<sup>2</sup>)</b>					
<b>GRUPO 5</b> <b>(Fonte F2 -Tempo 120s - Meio Seco)</b>			<b>GRUPO 6</b> <b>(Fonte F2 - Tempo 60s – Meio aquoso)</b>		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
29,39	57,04	58,1	30,49	56,63	50,33
31,94	54,56	59	31,15	55,21	51,33
31,62	52,9	55,56	32,71	52,04	55,18
32,77	53,03	55,62	26,62	57,92	57,1
27,38	55,59	55,85	28,78	51,44	57,95
<b>30,62* (2,20) ‡</b>	<b>54,62* (1,75) ‡</b>	<b>56,82* (1,61) ‡</b>	<b>29,95* (2,33) ‡</b>	<b>54,65* (2,83) ‡</b>	<b>54,37* (3,41) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

### C – Grau de Conversão

<b>GRAU DE CONVERSÃO (%)</b>					
<b>FONTE F1 – Tempo 40s</b>					
<b>FILMES (1 a 5)</b>			<b>FILMES (6)</b>		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
61	49	45	59	47	43
61	50	49	59	48	46
60	49	49	60	48	48
61	51	50	57	42	47
60	53	49	51	43	48
<b>60,60* (0,55) ‡</b>	<b>50,40* (1,67) ‡</b>	<b>48,40* (1,95) ‡</b>	<b>57,20* (3,63) ‡</b>	<b>45,60* (2,88) ‡</b>	<b>46,40* (2,07) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

<b>GRAU DE CONVERSÃO (%)</b>					
<b>(Fonte F2 – Tempo 40s)</b>					
<b>FILMES (1 a 5)</b>			<b>FILMES (6)</b>		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
64	48	41	42	33	34
66	50	46	30	42	41
62	51	48	52	43	43
58	49	47	53	24	37
58	49	50	40	31	34
<b>61,60* (3,58) ‡</b>	<b>49,40* (1,14) ‡</b>	<b>46,40* (3,36) ‡</b>	<b>43,40* (9,47) ‡</b>	<b>34,60* (7,95) ‡</b>	<b>37,80* (4,08) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

<b>GRAU DE CONVERSÃO (%)</b>					
<b>(Fonte F2 – Tempo 120s)</b>					
<b>FILMES (1 a 5)</b>			<b>FILMES (6)</b>		
Fill Magic	Ortho Lite	Transbond	Fill Magic	Ortho Lite	Transbond
70	57	45	59	44	38
66	53	52	54	48	41
68	50	50	54	43	45
60	57	51	52	46	45
58	50	53	51	30	44
<b>64,40* (5,17) ‡</b>	<b>53,40* (3,51) ‡</b>	<b>50,20* (3,11) ‡</b>	<b>54,00* (3,08) ‡</b>	<b>42,20* (7,08) ‡</b>	<b>42,60* (3,05) ‡</b>

\* Valor médio ‡ Desvio Padrão

## ESTUDO DE TRANSIÇÃO VÍTREA EM RESINAS ORTODÔNTICAS POR ESPECTROSCOPIA MECÂNICA.

M. M. D. S. Sostena, R.A. Nogueira, E.H. Kamimura, C.R. Grandini, J.C.S.Moraes  
Av. Brasil 56, (15.385-000) Ilha Solteira, São Paulo, Brasil  
michelamelissa@yahoo.com.br

Departamento de Física e Química - UNESP Campus de Ilha Solteira  
Departamento de – UNESP Campus de Bauru

### RESUMO

*Este trabalho teve por objetivo avaliar a temperatura de transição vítrea de três resinas ortodônticas fotopolimerizáveis e uma resina quimicamente ativada, por meio de espectroscopia mecânica. As amostras das resinas fotopolimerizáveis Fill Magic Ortodôntico, Transbond XT e Ortho Lite Cure foram expostas à luz por 40, 90 e 120 s. As medidas de espectroscopia mecânica (atrito interno) foram realizadas em um pêndulo de torção. Os resultados demonstram que a resina Fill Magic apresentou os menores valores de temperatura de transição vítrea. A resina Ortho Lite Cure apresentou o maior valor de temperatura de transição vítrea, no tempo de exposição de 120s. Para a resina Transbond XT, não houve variação nos valores de temperatura de transição vítrea em função do tempo de exposição à luz. A resina quimicamente ativada apresentou o maior valor de Tg, demonstrando que o processo de ativação poderia influenciar na Tg do material.*

Palavras-chave: resinas, ortodontia, espectroscopia, transição vítrea.

### INTRODUÇÃO

O uso de resinas compostas difundiu-se na clínica ortodôntica possibilitando a colagem direta dos bráquetes no esmalte dental, sendo a qualidade da adesão e a estabilidade clínica dos acessórios primordiais na aplicação destes materiais. Desde sua introdução, tais materiais passaram por desenvolvimento significativo visando

melhora na sua aplicabilidade e desempenho clínico. Inicialmente, as resinas quimicamente ativadas foram utilizadas na fixação dos acessórios e posteriormente as resinas fotopolimerizáveis foram empregadas com tal finalidade.

Atualmente, as resinas fotopolimerizáveis são comumente utilizadas devido a vantagens, como: facilidade de uso, maior tempo e precisão para o posicionamento dos acessórios, menor tempo de procedimento clínico; e encontramos uma diversidade de materiais resinosos com indicação de uso ortodôntico disponíveis no mercado.

O material resinoso desempenha sua função num ambiente peculiar, o meio bucal, caracterizado pelas variações de pH, pela umidade e particularmente pelas variações de temperatura <sup>(1)</sup>. Neste aspecto, a transição vítrea é um importante fenômeno exibido pelos materiais poliméricos, determinando seu estado físico e influenciando em propriedades, como as características reológicas, rigidez mecânica e dureza <sup>(2)</sup>.

A temperatura de transição vítrea (Tg) tem interesse particular no que se refere em entender melhor sua relação com a estrutura polimérica e com as propriedades mecânicas do material, considerando que tais propriedades são altamente sensíveis a mudanças de temperatura. Deste modo, através da determinação da temperatura de transição vítrea podemos compreender melhor, por exemplo, a influência do fluxo de calor sobre as propriedades do material <sup>(3)</sup>. Para as resinas aplicadas na cavidade oral, o conhecimento da Tg é importante, uma vez que a Tg do material polimerizado deve ser maior que as temperaturas máximas encontradas no meio oral.

Desta forma, este trabalho tem por objetivo avaliar a temperatura de transição vítrea (Tg) de três resinas ortodônticas fotopolimerizáveis e uma resina quimicamente ativada, por meio de espectroscopia mecânica de pêndulo de torção invertido.

## MATERIAIS E MÉTODOS

As amostras da resina quimicamente ativada Concise e das resinas fotopolimerizáveis Fill Magic Ortodôntico, Transbond XT e Ortho Lite Cure foram preparadas utilizando-se um molde de latão, confeccionado em nosso laboratório, de dimensões 40x4x4mm. Após preenchimento do molde, uma tira de poliéster e uma placa de vidro foram utilizadas para uniformização da amostra, comprimindo

manualmente a placa de vidro.

Para o preparo das amostras das resinas fotopolimerizáveis, as mesmas foram obtidas utilizando diferentes tempos de polimerização. Foram aplicados os tempos de exposição à luz de 40, 90 e 120 s, usando uma fonte de luz LDIII-GNATUS de 52 mW/cm<sup>2</sup>.

Para a determinação de temperatura de transição vítrea, utilizamos a espectroscopia mecânica. As medidas de espectroscopia mecânica foram realizadas em um pêndulo de torção, por meio de medidas de atrito interno; operando na faixa de temperatura entre 100K e 500K, com uma frequência de oscilação variando entre 1,4 e 9,4 Hz. A taxa de aquecimento foi de aproximadamente 1,0 K/min, em um vácuo próximo de 10<sup>-6</sup> mBar. Para a obtenção de medidas de atrito interno, após um torque inicial (vibração forçada), a amostra é colocada a vibrar em seu estado fundamental (vibrações livres), ocorrendo a dissipação de energia sob a forma de calor. No caso do pêndulo de torção, a dissipação de energia por ciclo é medida através do decremento logarítmico que é, a menos de uma constante, o próprio atrito interno da amostra. Os dados relativos ao amortecimento da amplitude de oscilação foram coletados automaticamente, utilizando-se um feixe de laser refletido por um espelho colocado sobre o eixo do pêndulo; que atingia dois fotodiodos conectados através de uma interface a um microcomputador. Todas as amostras foram submetidas a este processo.

O atrito interno, em função da temperatura é dado pela equação:

$$Q^{-1} = \tan \delta = \frac{1}{\pi N} \ln \frac{A_o}{A_N} \quad (A)$$

onde  $Q^{-1}$  é o atrito interno da amostra;  $\delta$  o decremento logarítmico;  $A_1$  e  $A_2$  são duas oscilações;  $N$  o período de separação de  $A_1$  e  $A_2$ .

O pico, ou estrutura de relaxação, observado na curva de  $\tan \delta$  em função da temperatura, é relacionado com a temperatura de transição vítrea do material <sup>(4)</sup>.

## RESULTADOS E DISCUSSÃO

Os resultados obtidos no estudo de transição vítrea para as resinas

fotopolimerizáveis e quimicamente ativada estão resumidos na Tabela 1. A precisão dos valores de Tg é de 1 K.

**Tabela 1:** Temperaturas de transição vítrea das resinas fotopolimerizáveis e da quimicamente ativada.

Resina	Tg (°C)		
	40s	90s	120s
Ortho Lite Cure	97	95	110
Transbond XT	105	105	105
Fill Magic	35	50	84
Concise	135		

Dos resultados podemos observar que a resina quimicamente ativada Concise apresentou o maior valor de temperatura de transição vítrea. Com relação às resinas fotopolimerizáveis, a resina Ortho Lite Cure apresentou o maior valor de Tg quando fotopolimerizada por 120s.

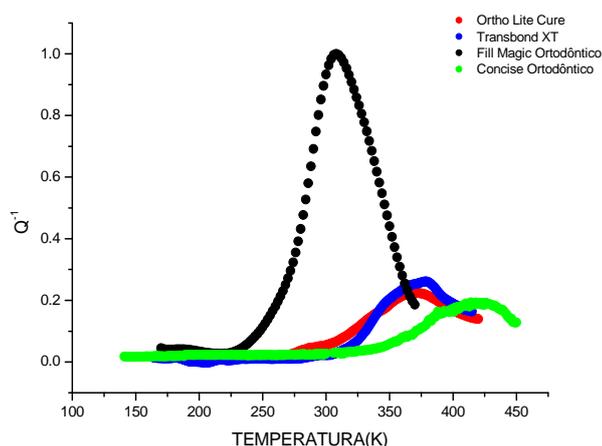
Em relação ao tempo de exposição à luz, para a resina Fill Magic Ortodôntico, o aumento no tempo de 40 para 120s ocasionou um aumento de 49°C na transição vítrea da resina Fill Magic Ortodôntico. Para a resina Transbond XT, não houve variação nos valores de Tg, variando-se o tempo de exposição à luz. Já a resina Ortho Lite Cure demonstrou um aumento de aproximadamente 14% no valor de Tg, variando-se a exposição à luz de 40 para 120s.

A temperatura de transição vítrea (Tg) corresponde à temperatura na qual ocorre a mudança do estado com característica borrachóide para o estado rígido, e tal transformação também ocorre no sentido inverso, sob aquecimento <sup>(3)</sup>. A Tg está relacionada às regiões amorfas dos polímeros, e a nível molecular, pode ser interpretada em termos de viabilidade de movimento molecular, sendo resultado do rearranjo conformacional em larga escala dos segmentos de cadeias poliméricas <sup>(5)</sup>.

Portanto, a nível molecular, abaixo da temperatura de transição vítrea as cadeias poliméricas não possuem energia interna suficiente para se deslocarem umas em relação às outras. Com o aumento da temperatura, o espaço que não é ocupado pelas moléculas do polímero, chamado de volume livre, se torna maior. Tal fato possibilita o movimento molecular, ocasionando mudanças conformacionais do polímero, que ocorre na temperatura de transição vítrea.

Considerando a estrutura do polímero, fatores como a presença de ligações cruzadas, as partículas de carga, a natureza e tamanho dos grupos presentes na cadeia podem ocasionar uma restrição na mobilidade da cadeia polimérica e, conseqüentemente influenciar na temperatura de transição vítrea do material. Por exemplo, a presença de uma menor quantidade de ligações cruzadas na cadeia polimérica implicaria em maiores segmentos de cadeia e, portanto, em maior mobilidade segmental em uma baixa temperatura de transição vítrea, ocorrendo o inverso para uma grande densidade de ligações cruzadas <sup>(5)</sup>. Do mesmo modo, as partículas de carga na cadeia do polímero tendem a reduzir a mobilidade e enrijecer a cadeia molecular principal, influenciando na Tg do material. Além disso, estudos demonstram que na curva de  $\tan\delta$  em função da temperatura obtida, uma maior quantidade de partículas de carga estaria relacionada com um alargamento e menor intensidade do pico ou estrutura de relaxação <sup>(6), (7)</sup>.

Em se tratando das resinas aqui avaliadas, as diferenças nas características estruturais e o sistema de polimerização poderiam ser relacionados aos valores de temperatura de transição observados. A resina Concise Ortodôntico caracteriza-se por apresentar uma grande quantidade de ligações cruzadas e um alto teor de conteúdo inorgânico (77,4% em massa), o que resultaria na maior rigidez da cadeia polimérica, com restrições de movimento dos segmentos de cadeia, e que poderia ser associado ao maior valor de temperatura de transição obtido. Do mesmo modo, os valores de Tg obtidos para as resinas Transbond XT e Ortho Lite Cure poderiam estar associados ao percentual de conteúdo inorgânico observado para estes materiais, respectivamente 74% e 70% em massa. Para o Fill Magic, seu menor conteúdo inorgânico (35% em massa) seria responsável pela maior flexibilidade das cadeias poliméricas e, por conseguinte, pelos menores valores de temperatura de transição vítrea. Também podemos observar um alargamento e menor intensidade nos picos obtidos para a resina quimicamente ativada Concise e para as resinas fotopolimerizáveis Transbond XT e Ortho Lite Cure e um estreitamento e maior intensidade do pico obtido para a Fill Magic, como apresentado na Figura 1. Desse modo, a diferença na proporção entre conteúdo orgânico/ inorgânico de cada material explicaria a diferença nos valores de Tg obtidos.



**Figura 1:** Atrito interno em função da temperatura para as resinas avaliadas.

Também podemos sugerir que o processo de polimerização (química ou fotoativada) tem influência na temperatura de transição vítrea, e, portanto, na propriedade de resistência do material. As resinas fotopolimerizáveis apresentaram menores valores de transição vítrea comparado ao da resina quimicamente ativada.

Além disso, para a resina Fill Magic a variação no tempo de exposição à luz de 40 para 120s ocasionou uma melhora nos valores de temperatura de transição vítrea. Para a resina Ortho Lite Cure, a mesma variação também proporcionou um discreto aumento no valor de Tg. De tal forma, a densidade de energia seria um fator relevante para a polimerização do material.

## CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste estudo demonstram que a resina Concise apresentou uma maior temperatura de transição vítrea comparada àquelas obtidas para as resinas fotopolimerizáveis.

A resina Fill Magic apresentou menores valores de temperatura de transição vítrea. Para a resina Fill Magic fotopolimerizada por 40 e 90s, os valores de Tg estão situados dentro da faixa de temperaturas intraorais, o que poderia comprometer a qualidade de adesão da resina quando aplicada clinicamente.

O tempo de exposição de 120 segundos apresentou uma maior temperatura de transição para as resinas Fill Magic e Ortho Lite Cure. Tal fato indica que melhor desempenho na colagem de bráquetes seria obtido com densidade de energia de 6,2 J/s.

## REFERÊNCIAS

- 
- <sup>1</sup> PALMER, D. S.; BARCO, M. T.; BILLY, E. J. Temperature extremes produced orally by hot and cold liquids. *The Journal of Prosthetic Dentistry*, Sain Louis, v. 67, p.325-327, 1992.
- <sup>2</sup> MIN, B. G.; STACHURSKI, Z. H. Cure kinetics of elementary reactions of a DGEBA/DDS epoxy resin: 1. Glass transition temperature versus conversion. *Polymer*, v.34, n.23, p. 4908-4912, 1993.
- <sup>3</sup> CALLISTER, W. D. J. *Ciência e engenharia de materiais*. 5.ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002.
- <sup>4</sup> McCRUM, N. G. *Anelastic and dielectric effects in polymeric solids*. London: John Wiley, 1967.
- <sup>5</sup> MARINHO, J. R. D. *Macromoléculas e polímeros*. São Paulo: Manole, 2005.
- <sup>6</sup> LAWRENCE, E. N.; LANDEL, R. F. *Mechanical properties of polymers and composites*. Sec. ed. New York: Marcel Dakker INC; p. 422-429, 1994.
- <sup>7</sup> PAPADOGIANNIS, Y.; BOYER, D. B.; HELVATJOUGLU-ANTONIADES M.; LAKES, R. S.; KAPETANIOS, C. Dynamic viscoelastic behavior of resin cements measured by torsional resonance. *Dental Material*, v.19, p.510-516, 2003.

## AVALIAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO NO PROCESSO DE POLIMERIZAÇÃO DE TRÊS RESINAS ORTODÔNTICAS FOTO-ATIVADAS.

M. M. D. S. Sostena, J.C.S.Moraes

Av. Brasil 56, (15.385-000) Ilha Solteira, São Paulo, Brasil

michelamelissa@yahoo.com.br

Departamento de Física e Química - UNESP Campus de Ilha Solteira

### RESUMO

*Este estudo teve como objetivo avaliar o grau de conversão das resinas ortodônticas fotopolimerizáveis Fill Magic Ortodôntico, Transbond XT, Ortho Lite Cure, por meio de espectroscopia no infravermelho. Para cada resina, foram confeccionados filmes de aproximadamente 0,4mm, num total de seis filmes para cada amostra, totalizando três amostras de cada resina. A polimerização foi feita com os tempos de exposição à luz de 40 e 120s. Os espectros de absorção foram obtidos em um espectrômetro Nexus, na região do infravermelho próximo, logo após a polimerização, após 24h, 48h, e sete dias. Os resultados demonstram que a resina Fill Magic apresentou maiores valores de grau de conversão, independente do tempo de exposição à luz. Observou-se que o grau de conversão aumenta em função do tempo pós-cura do material e diminui com a profundidade. De modo geral, houve uma queda acentuada no valor de DC para profundidade acima de 2 mm.*

Palavras-chave: resinas, ortodontia, grau de conversão, espectroscopia no infravermelho.

### INTRODUÇÃO

As resinas compostas fotopolimerizáveis são comumente utilizadas na colagem dos bráquetes ortodônticos. Estes materiais são constituídos basicamente por um monômero multifuncional de cadeia longa que quando se polimeriza resulta em uma rede tridimensional de ligações cruzadas. O monômero Dimetacrilato de Bisfenol A-

Bis-Glicidila (BisGMA) é o monômero mais usado em odontologia e caracteriza-se por uma molécula longa e rígida com duplas ligações de carbono reativas em ambas as extremidades <sup>(1)</sup>.

O processo de polimerização é uma particularidade a ser considerada, pois no caso das resinas fotopolimerizáveis, que são ativadas pela luz, tal procedimento poderia influenciar na propriedade de resistência <sup>(2)</sup>. Para desencadear a reação de polimerização é necessária a exposição suficiente do material à luz, e o comprometimento de tal processo pode afetar significativamente o número de radicais livres formados e conseqüentemente a cura do material <sup>(11)</sup>. Sendo assim, uma sub-polimerização pode reduzir a resistência e a dureza do material, bem como afetar a biocompatibilidade do material resinoso com os tecidos orais. Neste contexto, a avaliação do grau de conversão (DC) é primordial, pois permite estabelecer uma correlação entre o DC e a estrutura química final do material polimérico <sup>(3)</sup>.

O grau de conversão é a medida da porcentagem de ligações duplas entre os carbonos que se convertem em ligações simples decorrente do processo de polimerização, e os níveis de conversão alcançados durante a polimerização influenciam diretamente nas propriedades físicas e mecânicas do material <sup>(4)</sup>.

No caso das resinas fotopolimerizáveis, embora o grau de conversão possa ser influenciado pela composição química, não depende somente deste fator, mas especialmente de uma quantidade de luz apropriada que ative o iniciador. As resinas fotopolimerizáveis são polimerizadas somente com a irradiação de luz de frequência apropriada. A extensão na qual a luz atinge o material é de grande importância, pois a luz é absorvida, dispersa, e conseqüentemente atenuada durante a passagem pelo material, de tal forma que as superfícies mais próximas à fonte de irradiação de luz tendem a atingir um processo de polimerização mais eficiente quando comparadas a regiões mais distantes. Sendo assim, fatores como a banda de emissão de luz, a intensidade da fonte de luz, o tempo de irradiação e distância entre a fonte de luz e a superfície da resina, tendem a influenciar na polimerização da resina e, conseqüentemente, no grau de conversão <sup>(5), (6)</sup>.

A Espectroscopia no Infravermelho (IR) permite a obtenção de informações sobre a estrutura molecular, níveis de energia, e ligações químicas do material avaliado. A espectroscopia no infravermelho estuda a interação da radiação eletromagnética com a matéria, e permite determinar diretamente o grau de

conversão, bem como avaliar a profundidade de cura das resinas compostas fotopolimerizáveis. Dessa forma, este estudo tem como objetivo avaliar o grau de conversão de resinas ortodônticas fotopolimerizáveis através da espectroscopia no infravermelho na região do infravermelho próximo.

## MATERIAIS E MÉTODOS

Para as medidas de grau de conversão foram preparadas três amostras para cada resina avaliada, segundo os tempos de exposição de 40 e 120s usando uma fonte de luz LDIII-GNATUS de 52 mW/cm<sup>2</sup>.

Cada amostra foi constituída por seis filmes de resina de aproximadamente 0,4 mm de espessura. Cada filme foi confeccionado utilizando-se uma lâmina de vidro, forrada com uma tira de celofane, sobre a qual foi colocado um espaçador onde a resina foi dispensada, e sobre ela outra fita de celofane e uma lâmina de vidro. Seis conjuntos destes foram dispostos um sobre o outro entre duas placas de vidro; o conjunto formado foi submetido a um peso de 5 Kg durante 10 segundos. Em seguida, foram removidas as lâminas de vidro internas, permanecendo somente a lâmina dos extremos do conjunto, sendo então realizada a fotopolimerização.

As amostras confeccionadas desta forma permitiram estudar o grau de conversão em profundidade de até 2 mm. As medidas de grau de conversão foram realizadas imediatamente após a polimerização e após 24h, 48h e sete dias. Todas as amostras confeccionadas para medidas de DC foram armazenadas em local escuro à temperatura ambiente.

Os espectros de absorção no infravermelho foram obtidos num espectrômetro Nexus 670 FTIR pelo método de transmissão, no intervalo de frequência entre 4.500 cm<sup>-1</sup> e 5.000 cm<sup>-1</sup>, usando uma resolução de 4 cm<sup>-1</sup> e 128 varreduras para cada espectro. Para a determinação do grau de conversão foram utilizadas as bandas de absorção =CH<sub>2</sub> alifática localizada em 4743 cm<sup>-1</sup>, e a banda =CH<sub>2</sub> aromática, localizada em 4623 cm<sup>-1</sup>.

Desse modo, o percentual das ligações duplas de carbono que não reagiram durante a polimerização é obtido através da equação:

$$(\% C = C) = \frac{[Abs(alifáticaC = C) / Abs(aromáticaC = C)]_{polimero}}{[Abs(alifáticaC = C) / Abs(aromáticaC = C)]_{monômero}} \times 100 \quad (A)$$

O grau de conversão (DC) é determinado pela subtração do percentual residual, ou seja,  $DC \% = 1 - (\%C=C)$ .

## RESULTADOS

A Tabela 1 apresenta os valores médios de grau de conversão obtidos numa espessura de aproximadamente 2mm, correspondendo aos cinco filmes de cada resina avaliada, em função do tempo após a polimerização para as resinas fotopolimerizadas por 40 e 120s.

**Tabela 1:** Valores médios de grau de conversão (DC) obtidos para as resinas avaliadas em função do tempo após a fotopolimerização.

Resina	Tempo de fotopolimerização	DC (%)			
		0min	24H	48H	7dias
Fill Magic	40 s	57±4	63±3	64±3	64±3
Fill Magic	120 s	57±4	66±4	67±4	68±4
Transbond	40 s	40±3	45±4	45±4	45±4
Transbond	120s	45±3	48±3	48±3	49±3
Ortho Lite Cure	40s	46±3	50±4	50±4	49±5
Ortho Lite Cure	120s	48±4	52±3	52±3	53±5

Mediante os resultados, a resina Fill Magic Ortodôntico apresentou os maiores valores de grau de conversão, independente do tempo de exposição à luz. Para a resina Ortho Lite Cure, os valores de grau de conversão foram superiores aos obtidos para o Transbond XT, segundo o tempo de exposição à luz e o tempo após a polimerização.

Ainda, podemos observar que houve um aumento no grau de conversão nas primeiras 24 horas e, após este período, não se observou mudança significativa nos valores de conversão, para as três resinas. Como observado na literatura, tal constatação poderia estar relacionada ao fato de que após a estocagem no escuro, a conversão pode aumentar de 5 a 10%, devido à presença de radicais livres que persistem na cadeia após a irradiação ter cessado <sup>(7)</sup>.

As diferenças nos valores de conversão obtidos para diferentes resinas compostas, têm sido atribuídas às variações de composição, no que se refere aos sistemas monoméricos, concentração de diluentes, tipo e quantidade de partículas

de carga, e concentração de iniciadores. Para os materiais utilizados neste estudo a quantidade de iniciadores e de monômeros assim como o tamanho das partículas inorgânicas presentes na composição das resinas não são fornecidas o que limita relacionarmos aos resultados obtidos.

Com relação ao conteúdo inorgânico presente na matriz resinosa, alguns autores demonstraram não haver correlação entre a quantidade de partículas inorgânicas e o grau de conversão, ao contrário do observado para as propriedades mecânicas dos materiais resinosos. Entretanto, segundo a literatura, o tamanho das partículas de carga poderia influenciar no grau de conversão, de modo que uma máxima dispersão da luz ocorreria para um tamanho de partículas inorgânicas correspondente à metade do comprimento de onda da luz ativadora <sup>(8)</sup>. Ainda, uma maior quantidade de partículas de carga poderia dificultar a transferência do centro ativo de monômero a monômero durante o processo de polimerização, influenciando no grau de conversão do material. A resina Fill Magic apresenta um menor conteúdo inorgânico (38,1% em massa) comparado aos da resina Transbond XT (74% em massa) e Ortho Lite Cure (70% em massa), o que poderia estar influenciando nos valores de DC obtidos.

A Tabela 2 apresenta os valores de grau de conversão obtidos para o sexto filme, o qual corresponde a uma profundidade maior que 2mm.

**Tabela 2:** Valores médios de grau de conversão (DC) obtidos para os filmes correspondentes a profundidade maior que 2mm em função do tempo após a fotopolimerização.

Resina	Tempo de fotopolimerização	DC (%)			
		0min	24H	48H	7dias
Fill Magic	40 s	41±8	44±10	41±12	39±12
Fill Magic	120 s	49±2	57±4	58±4	59±4
Transbond	40 s	37±3	40±6	40±5	40±4
Transbond	120 s	39±4	42±2	42±3	42±3
Ortho Lite Cure	40 s	39±5	39±7	39±6	40±6
Ortho Lite Cure	120 s	45±2	45±2	45±3	46±3

Podemos observar que para estes filmes houve uma redução no grau de conversão para todas as resinas, quando comparados ao DC obtido para os primeiros cinco filmes. A profundidade de cura é um fator relevante na qualidade de polimerização do material, e, o grau de conversão diminui com a profundidade, principalmente para maiores espessuras. A profundidade no máximo de 2 mm têm sido recomendada em pesquisas e pela maioria dos fabricantes por não sofrerem

diminuição nos valores de DC. Para os resultados obtidos com os filmes mais distantes podemos constatar que para uma profundidade maior que 2 mm ocorreu uma sensível diminuição no DC das resinas.

Com relação à profundidade de polimerização, durante a fotoativação, a luz incidente no material é parcialmente absorvida, e parcialmente refletida pelas partículas de carga presentes na matriz, o poderia também explicar a diminuição do grau de conversão em profundidade, uma vez que tal fato atenuaria a passagem da luz para as camadas mais profundas, proporcionando uma redução na eficiência da polimerização.

Ainda, no processo de polimerização da resina, a intensidade de luz e tempo de exposição devem ser suficiente para promover a excitação da canforoquinona, levando à formação dos radicais livres, essenciais para a formação das ligações químicas entre os monômeros resinosos. Assim, o grau de conversão de monômeros em polímeros está diretamente relacionado à quantidade de energia a qual a resina composta é submetida. Desta forma, em nosso estudo, os filmes posicionados a uma maior distância da ponta do fotopolimerizador, aproximadamente 2mm, teriam sofrido uma maior influência na profundidade de cura, levando a menores valores de grau de conversão, como foi observado.

## CONCLUSÕES

Os resultados obtidos neste estudo demonstram que a resina Fill Magic apresentou maiores valores de grau de conversão para uma espessura de aproximadamente 2mm.

De um modo geral, a variação no tempo de exposição à luz ocasionou maiores valores de grau de conversão para as três resinas avaliadas e a maior conversão ocorreu nas primeiras 24h.

A profundidade maior que 2 mm levou à uma sensível diminuição no DC das resinas.

## REFERÊNCIAS

- 
- <sup>1</sup> PEUTZFELDT, A. Resins composites in dentistry: the monomer systems. ***European Journal of Oral Sciences***, Copenhagen, v.105, p.97-116, 1997.
  - <sup>2</sup> ELIADES, T.; JOHNSTON, W. M.; ELIADES, G. Direct light transmittance through ceramic brackets. ***American Journal Orthodontics and Dentofacial Orthopedics***, Saint Louis, v.107, n.1, p.11-18, 1995.
  - <sup>3</sup> ELIADES, T.; ELIADES, G.; BRADLEY, T. G.; WATTS, D. C. Degree of cure of orthodontic adhesives with various polymerization initiation modes. ***European Journal Orthodontics***, Oxford, v. 22, p.395-399, 2000.
  - <sup>4</sup> DeWALD, J. P.; FERRACANE, J. L. A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light-activated composites. ***Journal of Dental Research***, Washington, v.66, n.3, p.727-730, 1987.
  - <sup>5</sup> RUYTER, I. E.; OYASED, H. Conversion in different depths of ultraviolet and visible light-activated composite materials. ***Acta Odontologica Scandinavica***, Oslo, v.40, p.179-192, 1982.
  - <sup>6</sup> FERRACANE, J.L.; ADAY, P.; MATSUMOTO, H.; MARKER, V.A. Relationship between shade and depth of cure for light-activated dental resin composites. ***Dental Materials***, Kidlington, v.2, p.80-84, 1986.
  - <sup>7</sup> LOVELL, L. G.; NEWMAN, S. M.; DONALDSON, M. M.; BOWMAN, C. N. The effect of light intensity on double conversion and flexural strength of a model, unfilled dental resin. ***Dental Materials***, Kidlington, v.19, p.458-465, 2003.
  - <sup>8</sup> NEVES, A. D.; DISCACCIATI, J. A. C.; ORÉFICE, R. L.; JANSEN, W. C. Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. ***Pesquisa Odontológica Brasileira***, São Paulo, vol.16, n.4, p. 349-354, 2002.