KARLA MYCHELLYNE COSTA OLIVEIRA

Cirurgiã-Dentista

ANÁLISE FOTOELÁSTICA DA TENSÃO DE CONTRAÇÃO OCORRIDA NA POLIMERIZAÇÃO DE COMPÓSITOS RESINOSOS

Dissertação apresentada à Faculdade de Odontologia de Piracicaba, da Universidade Estadual de Campinas, para obtenção do Título de Mestre em Materiais Dentários.

Orientador: Prof. Dr. Simonides Consani

PIRACICABA

2009 i

FICHA CATALOGRÁFICA ELABORADA PELA BIBLIOTECA DA FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA

Bibliotecária: Sueli Ferreira Julio de Oliveira – CRB-8^a. / 2380

OL4a	Oliveira, Karla Mychellyne Costa. Análise fotoelástica da tensão de contração ocorrida na polimerização de compósitos resinosos. / Karla Mychellyne Costa Oliveira Piracicaba, SP: [s.n.], 2009.	
	Orientador: Simonides Consani. Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual de Campinas, Faculdade de Odontologia de Piracicaba.	
	 Resinas compostas. 2. Polimerização. 3. Materiais dentários. I. Consani, Simonides. II. Universidade Estadual de Campinas. Faculdade de Odontologia de Piracicaba. III. Título. (sfjo/fop) 	

Título em Inglês: Photoelastic analysis of polymerization shrinkage stress in resin composites

Palavras-chave em Inglês (Keywords): 1. Composites resins. 2. Polymerization. 3. Den materials

Área de Concentração: Materiais Dentários

Titulação: Mestre em Materiais Dentários

Banca Examinadora: Simonides Consani, Lourenço Correr-Sobrinho, Estevão Tomomi⁻ Kimpara

Data da Defesa: 03-02-2009

Г

Programa de Pós-Graduação em Materiais Dentários



UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE PIRACICABA



A Comissão Julgadora dos trabalhos de Defesa de Dissertação de MESTRADO, em sessão pública realizada em 03 de Fevereiro de 2009, considerou a candidata KARLA MYCHELLYNE COSTA OLIVEIRA aprovada.

PROF. DR. SIMONIDES CONSANI PROF. DR. ESTEVÃO TOMOMITSU KIMPARA

PROF. DR. LOURENÇO CORRER SOBRINHO

DEDICATÓRIA

Aos meus pais, **Carlos e Socorro**, sempre presentes, me apoiando a cada passo dado; sinônimos de amor, caráter, honestidade, união e família; sem vocês não seria nada do que sou hoje.

Às minhas irmãs, **Mychelle e Myllene**; e ao meu irmão, **Carlinhos**, com os quais aprendo com semelhanças e diferenças, sendo não apenas irmãos, e sim parte do que me completa.

A **Renzo**, namorado e companheiro, por me fazer feliz e apoiar os meus sonhos, demonstrando amor, companheirismo, dedicação e compreensão, tornando-se uma pessoa essencial em minha vida.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Primeiramente a **Deus**, sempre presente em minha vida e na das pessoas que amo, me ajudando a superar os momentos difíceis e guiando meu caminho.

Ao meu orientador **Prof. Dr. Simonides Consani**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela convivência cordial e amiga, por toda paciência, confiança, disponibilidade e ensinamentos que vão além da formação acadêmica.

Muito Obrigada!

AGRADECIMENTOS

À Faculdade de Odontologia de Piracicaba – UNICAMP – nas pessoas do Diretor, **Prof. Dr. Francisco Haiter Neto e Diretor Associado, Prof. Dr. Marcelo de Castro Meneghim**, pela oportunidade de realizar este trabalho nesta instituição.

Aos **Prof. Dr. Lourenço Correr Sobrinho**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela amizade e constante disponibilidade; e pelos ensinamentos e oportunidades oferecidas durante todo esse período.

Ao **Prof. Dr. Mário Alexandre Coelho Sinhoreti**, Titular da Área Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelo apoio e disponibilidade constante, contribuindo em minha formação.

À **Profa. Dra. Regina Maria Puppin-Rontani**, Coordenadora e Professora do Programa de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelo incentivo e participação em minha formação.

Ao **Prof. Dr. Mário Fernandes De Góes**, Titular da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pela participação em minha formação.

Aos Professores: **Dr. Mauro Antônio de Arruda Nóbilo, Dr. Rafael Leonardo Xediek Consani, Dra. Roberta Caroline Bruschi Alonso**, por terem participado do meu exame de qualificação e contribuído para a melhoria deste trabalho. Ao técnico especializado do laboratório da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, engenheiro **Marcos Blanco Cangiani**, por toda ajuda que foi de fundamental importância durante o desenvolvimento deste trabalho; pela constante disponibilidade, auxiliando na solução de problemas.

À **Selma Aparecida Barbosa de Sousa Segalla**, secretária da Área de Materiais Dentários, Departamento de Odontologia Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Piracicaba, Universidade Estadual de Campinas, pelo agradável convívio, por todos os cuidados e amizade.

Aos colegas de Pós-Graduação Luciano de Souza Gonçalves e William Cunha Brandt, pela amizade, apoio em momentos difíceis e pelos conhecimentos compartilhados; fundamentais para o desenvolvimento deste trabalho.

A todos os amigos do programa de pós-graduação, nesta e outras áreas, pela amizade e companheirismo, e pelo privilégio de tantos momentos juntos.

Aos amigos, **Gláuber e Renato** pela convivência, companheirismo e cumplicidade de todos os dias, ajudando a superar as dificuldades do dia-a-dia e de estar longe de casa, tornando-se novos irmãos.

A **toda minha família** que mesmo longe nunca se fez ausente em minha vida, sempre torcendo por mim, onde busco minha força para seguir lutando por meus objetivos.

À CAPES, pelo apoio financeiro.

A todos que direta ou indiretamente contribuíram para a execução deste trabalho.

RESUMO

O objetivo deste trabalho foi comparar a tensão de contração de polimerização gerada por compósitos resinosos em diferentes tempos após a fotoativação, por meio de análise fotoelástica. Três compósitos experimentais com diferentes tipos de fotoiniciadores, e dois compósitos comerciais, sendo um à base de monômeros metacrilatos e o outro à base de siloranos foram comparados. Compósitos experimentais foram fabricados com 40% em massa de matriz orgânica e 60% de partículas de carga inorgânica, canforoquinona (CQ) ou fenil propanodiona (PPD) foram adicionados como sistemas fotoiniciadores. Discos de resina fotoelástica (base: Araldite GY 279/ endurecedor: Aradur 2963) foram confeccionados com perfurações de 6mm de diâmetro e 2mm de espessura no centro de cada disco. A superfície interna da resina fotoelástica foi condicionada com agente adesivo. Os compósitos foram separados em 5 grupos, sendo que os grupos 1 e 2 representaram os compósitos comerciais Filtek Silorane e Filtek Z250, respectivamente. Enquanto que os grupos 3, 4 e 5 constituíam os compósitos experimentais com os sistemas iniciadores CQ/Amina, CQ/PPD/Amina e PPD/Amina, respectivamente. O compósito foi inserido em incremento único no preparo da resina fotoelástica e fotoativado com luz LED (LED Ultralume 5) por 60s. As tensões geradas pelos compósitos foram avaliadas logo após a fotoativação, em 24 horas e 7 dias, por meio de análise fotoelástica com polariscópio plano, diretamente sobre luz branca ou com filtro vermelho resultando em imagens coloridas e monocromáticas, respectivamente. A análise qualitativa das imagens fotoelásticas revelaram que o grupo 1 apresentou a menor tensão de contração de polimerização em todos os tempos avaliados. Comparando os grupos das resinas experimentais, notou-se que o grupo 3 gerou maior tensão na resina fotoelástica em relação aos grupos 4 e 5 imediatamente após a fotoativação. Porém, 24 horas e 7 dias após a fotoativação as tensões geradas se equipararam para os grupos das resinas experimentais. A análise quantitativa realizada com avaliação das imagens monocromáticas mostrou que a tensão gerada pelo compósito Filtek Silorane foi similar à do compósito Filtek Z250

xiii

imediatamente após a fotoativação; porém, em 24 horas e 7dias o Filtek Z250 apresentou maiores tensões quando comparado ao Filtek Silorane. Os compósitos experimentais não apresentaram diferença estatisticamente significativa entre eles em nenhum dos tempos avaliados. Em geral, as tensões geradas aumentaram com o passar do tempo. Concluiu-se que o PPD não foi efetivo para minimizar as tensões geradas durante o processo de polimerização dos compósitos. Compósitos à base de silorano apresentaram os menores valores de tensão de contração de polimerização.

Palavras-chave: Compósito odontológico, tensão de polimerização, fotoiniciadores, fotoelasticidade.

ABSTRACT

The aim of this study was to compare polymerization shrinkage stresses of dental composites in different moments after light-activation. Three experimental composites with different photoinitiator systems, and two commercial composites, one methacrilate based and the other silorane based were compared. Experimental composites were fabricated with 40% of organic matrix and 60% of inorganic filler, canforoquinone (CQ) or phenyl propanodione (PPD) were added to the resin as photoinitiator systems. Discs of the photoelastic resin (Araltide GY 279/Aralur 2963) were prepared with cylindrical cavities (6mm diameter, 2mm thick) in the center of each disc. Internal surfaces of the photoelastic resin were roughened and prepared with adhesive system application. The composites were divided into five groups: groups 1 and 2 represented commercial composites Filtek Silorane and Filtek Z250, respectively; groups 3, 4 and 5 represented experimental composites with CQ/Amine, CQ/PPD/Amine and PPD/Amine as initiator system, respectively. A bulk increment of the composite was inserted into the cavity of photoelastic resin and photo-polymerized with a LED light-cure unit (LED Ultralume 5) for 60s. The stresses created by polymerization shrinkage were analyzed immediately after photopolymerization, in 24 hours and 7 days, by photoelastic analysis with a plane polariscope, with white light, with or without a red filter resulting in color and black and white images, respectively. Qualitative analysis of photoelastic images showed that group 1 had the lowest polymerization shrinkage stress in all times evaluated. Comparing experimental composites, it was observed that group 3 created more stress in photoelastic resin than groups 4 and 5 immediately after light-activation. However, 24 hours and 7 days after photopolymerization the stresses had equalized in resin experimental groups. Quantitative analysis showed that shrinkage strain of Filtek Silorane was similar to that of Filtek Z250 immediately after photopolymerization. In 24 hours and 7 days, the Filtek Z250 showed higher strain than Filtek Silorane. Experimental composites didn't differ statistically between each other in all times evaluated. Generally, the

tension increased with the time. It was concluded that PPD wasn't capable of decrease the stresses created during polymerization process of composites. Silorane based composites had the lowest stresses during polymerization shrinkage process.

Key-words: Dental composite, polymerization shrinkage stress, photoinitiator, photo elasticity.

SUMÁRIO

1. INTRODUÇÃO	1	
2. REVISÃO DA LITERATURA		
2.1. Compósitos resinosos	7	
2.2. Contração de polimerização	18	
2.3. Tensão de contração de polimerização	29	
2.4. Análise fotoelástica	59	
3. PROPOSIÇÃO	71	
4. MATERIAIS E MÉTODO	73	
4.1. Materiais	73	
4.2. Método	76	
4.2.1. Fabricação dos compósitos experimentais	76	
4.2.2. Confecção dos discos de resina fotoelástica	76	
4.2.3. Preparo das amostras	78	
4.2.4. Análise fotoelástica	80	
4.2.5. Análise quantitativa	81	
5. RESULTADOS	83	
5.1. Análise qualitativa	83	
5.2. Análise quantitativa	90	
6. DISCUSSÃO	93	
7. CONCLUSÃO	101	
REFERÊNCIAS		
APÊNDICE	111	

1. INTRODUÇÃO

As resinas compostas fotoativadas são materiais restauradores amplamente utilizados na Odontologia com bom desempenho clínico. Restaurações com resina composta apresentam potencial para substituir o uso de materiais restauradores mais tradicionais, pois são capazes de formar união efetiva com o substrato dental, melhorando a resistência do dente e diminuindo sua susceptibilidade à fratura (Arola *et al.*, 2001; Kahler *et al.*, 2006).

A grande desvantagem das resinas compostas é que os materiais à base de polímeros contraem durante a polimerização (Watts *et al.*, 2003, Truffier-Boutry *et al.*, 2006). Sendo assim, após a presa final, pode haver contração volumétrica de 1,5 a 5% (Ferracane, 2005), resultando no desenvolvimento de grandes tensões de tração na interface dente-restauração. A tensão de contração ocorre quando a contração é contida e o material encontra-se rígido o suficiente para resistir ao escoamento (Davidson & Feilzer, 1997). Essas tensões podem promover falhas na interface da união, permitindo infiltração marginal e contaminação bacteriana (Davidson, 2000).

A contração de polimerização de compósitos resinosos é influenciada por diversos fatores que podem afetar tanto a própria contração de polimerização quanto a tensão de contração de polimerização (Ernst *et al.,* 2004). Dentre esses fatores são citadas as propriedades do material restaurador (composição da matriz orgânica e quantidade de carga) (Pearson & Bouschlicher, 2001; Feilzer & Dauvillier, 2003; Atai *et al.,* 2005; Fong *et al.,* 2005; Kleverlaan & Feilzer, 2005; Weinmann *et al.,* 2005; Charton *et al.,* 2007), tamanho e forma da cavidade a ser restaurada (Feilzer *et al.,* 1987; Feilzer *et al.,* 1989; Lee *et al.,* 2007; Witzel *et al.,* 2007), técnica de aplicação da resina (Versluis *et al.,* 1996), modo de fotoativação (Bouschlicher *et al.,* 1997; Lim *et al.,* 2002; Ilie *et al.,* 2005; Visvanathan *et al.,* 2007), grau de conversão (Braga & Ferracane, 2002; Lu *et al.,* 2005) e

escoamento do compósito (Versluis *et al.*, 2004; Fleming *et al.*, 2007). Cada um desses parâmetros tem sido avaliado e submetido às alterações, desenvolvimentos e inovações que buscam melhoria desses materiais durante as últimas décadas.

Vários tipos de monômeros estão presentes na matriz orgânica dos compósitos odontológicos. Variações do tipo e da concentração dos monômeros na formulação dos compósitos podem afetar significantemente as propriedades mecânicas desses materiais (Asmussen & Peutzfeldt, 1998; Fong et al., 2005; Floyd & Dickens, 2006). Compósitos com maior concentração de bisfenol glicidil dimetacrilato (Bis-GMA) geralmente possuem menor contração volumétrica e desenvolvem menor tensão quando comparado aos monômeros diluentes; entretanto, devido à baixa mobilidade do monômero Bis-GMA menos ligações duplas são convertidas, resultando em menor grau de polimerização do compósito (Feilzer & Dauvillier, 2003). Monômeros diluentes como o trietileno glicol metacrilato (TEGDMA) têm se mostrado mais reativos e capazes de aumentar o grau de conversão, além de diminuir a viscosidade dos compósitos resinosos; entretanto, apresentam maior contração (Gonçalves et al., 2008). O monômero bifuncional uretano dimetacrilato (UDMA) possui peso molecular médio quando comparado com o Bis-GMA e o TEGDMA, sendo assim, também apresenta tensão de contração média em relação a estes monômeros (Atai et al., 2005; Charton et al., 2007). Assim como o TEGDMA, o bisfenol A dimetacrilato etoxilado (Bis-EMA) apresenta baixa viscosidade e a presença desse monômero nos compósitos pode aumentar a distância entre as cadeias moleculares e contribuir para a diminuição da contração de polimerização (Gonçalves et al., 2008).

Recentemente um novo compósito resinoso à base do monômero silorano foi introduzido na Odontologia. O silorano é um monômero híbrido derivado de duas estruturas diferentes: os siloxanos e os oxiranos, resultando em uma estrutura com anéis (Perfil técnico – Filtek Silorane, 3M – ESPE, 2007). A cadeia polimérica dos siloranos é formada a partir da abertura do anel catiônico e

ocorre após a ação de três componentes iniciadores: a canforoquinona é usada como fotoiniciador e capta o espectro de luz do aparelho fotoativador, um doador de elétrons age por processo de óxido-redução e decompõe o terceiro elemento do sistema, o sal de iodônio, em um cátion ácido que inicia o processo de polimerização com a abertura dos anéis do monômero (Weinmann *et al.*, 2005). A abertura dos anéis provoca expansão da molécula, o que compensa, em parte, a contração de polimerização. Assim, as tensões geradas pelo processo de polimerização são menores quando comparadas aos compósitos à base de metacrilatos (Ilie *et al.*, 2007).

Na maioria dos compósitos à base de metacrilato, a canforoquinona (CQ) é usada como agente iniciador em conjunto com uma amina terciária que age como co-iniciador (Stansbury, 2000). A fenil propanodiona (PPD) tem sido sugerida como substituta da CQ ou em combinação com ela, com potencial para reduzir os problemas de alteração de cor dos compósitos fotoativados e melhorar as propriedades estéticas (Park *et al.*, 1999). O pico de absorção de luz da canforoquinona ocorre no espectro azul com comprimento de onda de 468nm, enquanto que o PPD possui espectro de absorção de luz mais amplo com pico de absorção em 393nm (Ogunyinka *et al.*, 2007). Desta forma, compósitos que apresentam o PPD como iniciador tendem a alcançar os valores de polimerização máximos mais lentamente que aqueles com canforoquinona, pois a taxa e a velocidade de polimerização são dependentes da densidade de energia absorvida pelo compósito (Schneider *et al.*, 2008).

A fotoelasticidade é uma técnica experimental usada para análise de tensões. O termo fotoelasticidade reflete a natureza deste método experimental: *foto* refere-se ao uso de feixes de luz e técnicas ópticas, enquanto que *elasticidade* descreve o estudo das tensões e deformações de corpos elásticos e anelásticos (Post, 1989).

Um material birrefringente possui dupla refração ou anisotropia óptica quando submetido a uma carga e visualizado sob luz polarizada. Portanto, o polariscópio permite a visualização dos eixos de birrefringência do material fotoelástico que coincidem com os eixos das principais tensões geradas no corpo (Pereira *et al.*, 2007).

Assim, a análise fotoelástica de tensões consiste na avaliação visual baseada na propriedade de certos materiais transparentes, que exibem franjas de interferência quando são tensionados sob a incidência de uma luz de campo polarizado (Kinomoto & Torii, 1998). Quando luz comum é utilizada, os efeitos ópticos apresentam-se como franjas coloridas e quando uma luz monocromática é usada, são formadas franjas pretas e brancas alternadas que possuem número de ordem dependente da intensidade da carga aplicada sobre o material (Pereira *et al.*, 2007).

A passagem da luz polarizada através do material fotoelástico sob tensão gera franjas luminosas que possuem relações matemáticas precisas e irão determinar as deformações e tensões geradas no material (Ainola & Aben, 2005). As franjas isocromáticas representam regiões onde a diferença entre as principais tensões é constante (Vásquez-Rodriguez *et al.*, 2007). Os pontos onde as tensões principais apresentam direção semelhante em um corpo resultam na formação de curvas contínuas que são chamadas de isoclínicas (Post, 1989).

A análise fotoelática tem sido empregada para análise de tensões geradas pela tensão de contração de polimerização de compósitos resinosos odontológicos (Kinomoto & Tori, 1998; Ernst *et al.*, 2000; Kinomoto *et al.*, 2000; Ernst *et al.*, 2003; Ernst *et al.*, 2004; Braga *et al.*, 2006). Alguns estudos avaliam a tensão de contração de polimerização por meio da análise de elementos finitos que aplica a teoria da elasticidade (Versluis *et al.*, 1996; Kuijs *et al.*, 2003; Witzel *et al.*, 2007). Nesses estudos, os resultados obtidos estão relacionados com valores específicos determinados hipoteticamente para o material antes do teste, o

que conduz a resultados com grande variação entre os estudos (Kinomoto & Torii, 1998). A configuração complexa de uma restauração de resina composta pode tornar a análise de tensões extremamente difícil de ser avaliada.

Diante dessas considerações, seria lícito supor que o método de fotoelasticidade seria mais apropriado para análise das tensões resultantes da polimerização do compósito odontológico.

2. REVISÃO DA LITERATURA

2.1. Compósitos resinosos

Peutzfeldt (1997) descreveu a história dos monômeros usados na Odontologia. O componente resinoso do compósito odontológico consiste em uma matriz polimérica, formada por pequenas unidades denominadas monômeros, os quais se transformam em polímeros a partir do processo de polimerização. Foi realizada revisão dos sistemas monoméricos à base de Bis-GMA, sistemas monoméricos eutéticos, hidrófobos e resinas à base de UEDMA. Aspectos a respeito das propriedades físicas, o grau de conversão, a contração de polimerização e efeitos anti-cariogênicos desses monômeros foram discutidos. O sistema monomérico da maioria dos compósitos resinosos está baseado no Bis-GMA. Este monômero bifuncional mostrou-se superior ao metil-metacrilato, e devido ao alto peso molecular e grande estrutura química, apresenta menor volatilização, menor contração de polimerização, endurecimento mais rápido e produção de resinas mais resistentes e rígidas. Monômeros diluentes como o TEGDMA e o EGDMA também são adicionados a matriz monomérica, com a finalidade de diminuir a viscosidade do Bis-GMA. Tem sido mostrado que as propriedades mecânicas dos compósitos podem ser influenciadas pelo grau de conversão e pela natureza das subunidades monoméricas dos polímeros. Porém, propriedades como a temperatura de transição vítrea são mais fortemente influenciadas pelo grau de conversão dos compósitos. Em alguns compósitos os monômeros uretanos ou oligômeros também são usados como base de sistemas monoméricos. As maiores deficiências dos compósitos resinosos são a contração de polimerização e a baixa resistência ao desgaste sob esforços mastigatórios. Esses fatores são amplamente influenciados pelo tipo de monômero, relevantes pesquisas têm sido realizadas para reduzir esses efeitos indesejáveis. O uso de sistemas monoméricos que liberam flúor tem sido proposto para diminuir os efeitos das fendas marginais formadas em conseqüência da contração de polimerização. O ponto principal desse problema tem sido estudado com o desenvolvimento de

compósitos resinosos com menor ou nenhuma contração de polimerização envolvendo monômeros que reagem a partir da abertura de anel ou que são ciclopolimerizáveis. O uso de aditivos com um agente funcional para a transferência de cadeia em sistemas monoméricos tem mostrado melhorar o grau de conversão e as propriedades mecânicas do compósito.

Em 1998, Asmussen & Peutzfeldt determinaram o efeito dos monômeros UEDMA, BisGMA e TEGDMA em algumas propriedades mecânicas de compósitos resinosos experimentais. Os compósitos resinosos foram fabricados a partir das misturas dos monômeros BisGMA e UEDMA com concentrações variando de 0 a 70% em mol; e o TEGDMA em concentrações de 30 a 70% em mol. Os fotoiniciadores: canforoquinona e ciano etilmetilanilina (CEMA), foram dissolvidos nas misturas de monômeros (0,2% em peso de cada). Partículas de vidro silanizadas com tamanho médio de 5µm foram utilizadas como conteúdo constante de carga (78% em peso). Desta forma, foram criados 30 compósitos experimentais que foram submetidos aos testes de resistência à tração diametral, resistência à flexão e o módulo de elasticidade foi calculado. Os testes revelaram que a resistência à tração diametral para os compósitos variou entre 52 e 59MPa, com maiores valores para o compósito com maior conteúdo de TEGDMA e UEDMA. A resistência à flexão variou entre 137 e 167MPa. Apesar de a substituição do BisGMA pelo TEGDMA ter aumentado a resistência à tração, houve redução da resistência à flexão. Os valores do módulo de elasticidade variaram entre 8,0 e 11,10GPa, sendo que os maiores valores foram encontrados com variação da proporção BisGMA/TEGDMA, para um dado conteúdo de UEDMA. Os autores concluíram que a variação da quantidade de UEDMA, BisGMA e TEGDMA pode causar significante efeito nas propriedades mecânicas dos compósitos.

Park *et al.* (1999) estudaram o efeito da combinação da canforoquinona (CQ) e da fenilpropanodiona (PPD) em um novo sistema fotoiniciador. Misturas dos monômeros Bis-GMA (30% mol), UDMA (40% mol) e TEGDMA (30% mol)

foram usadas para todas as formulações de resina. Para o preparo de materiais fotopolimerizáveis quantidades variáveis de CQ e PPD foram dissolvidos na mistura de monômeros com 0,2% em massa de um agente inibidor (CEMA). Dezessete grupos foram testados com a variação de 0 a 3,2% em massa dos iniciadores CQ e PPD, sendo que a concentração total de CQ/PPD não passou de 3,4% em peso. O grau de conversão dos monômeros foi investigado de acordo com o tipo de iniciador (CQ ou PPD) e a proporção entre os dois iniciadores (CQ/PPD). O método usado a para análise do grau de conversão foi a Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier. As misturas dos monômeros foram irradiadas por 20, 40, 60, 120, 240 e 480s com uma unidade fotoativadora Denetron com 800mW/cm². O grau de conversão foi determinado a partir da subtração do percentual de ligações alifáticas residuais (C=C) de 100%. Quando apenas o PPD foi adicionado à mistura de monômeros, não ocorreu alteração significante no grau de conversão comparado com as misturas com CQ apenas. Em combinação, CQ e PPD produziram grau de conversão que geralmente excedeu aquele produzido pelos iniciadores usados sozinhos. O máximo grau de conversão ocorreu entre as proporções de 1:1 e 1:4 de PPD/CQ. Com a concentração total de fotoiniciadores acima de 1,8% em massa, o grau de conversão foi aumentado pelo PPD, porém diminuído pela CQ, onde ficou evidente que diferentes mecanismos de iniciação estão envolvidos. O PPD e a CQ apresentam diferentes faixas de absorção de comprimento de onda, resultando em perceptível forma de amarelo mais claro para o PPD. Concluiu-se então que o PPD é um fotoiniciador com potencial para reduzir problemas de amarelamento dos compósitos resinosos odontológicos. Em combinação com a CQ, o PPD age sinergicamente para produzir uma reação de fotoativação mais eficiente.

Em 2000, Stansbury relatou o desenvolvimento e a contínua evolução do método de fotoativação usado para realizar a polimerização das resinas e compósitos odontológicos. Uma revisão da literatura foi realizada e aspectos a respeito do processo de polimerização ativada por luz visível nas aplicações

odontológicas foram descritos. O mecanismo básico no qual os fotoiniciadores convertem os monômeros em polímeros, e os vários fatores que influenciam o processo de fotopolimerização foram discutidos. Estudos que avaliam o processo de fotoiniciação geralmente envolvem a avaliação da cinética de polimerização durante o processo de fotoativação ou a mensuração do grau de conversão obtido após a polimerização. Além disso, o sistema fotoiniciador convencional, canforoquinona-amina, materiais usado na maioria dos restauradores odontológicos tem sido estudado adicionado a sistemas iniciadores alternativos para aumentar a eficiência da fotoativação. Novos iniciadores podem promover elevados índices de grau de conversão ou taxas de polimerização mais rápidas sob mínima exposição de luz ou baixa concentração de iniciadores. O uso da fotoativação oferece ao cirurgião-dentista bom controle sobre o processo de polimerização. Considerando que fotoativadores convencionais possuem elevada densidade de energia, outros aparelhos foram desenvolvidos para promover menor intensidade de irradiação inicial, atingindo o nível máximo alguns segundos depois. Os benefícios de uma polimerização mais eficiente podem ser expressos com melhoramentos no desempenho e durabilidade da restauração, maior biocompatibilidade e estabilidade de cor.

Arola *et al.* (2001) compararam a resistência à fratura de molares com restaurações MOD em amálgama, compósito resinoso e dente hígido. Modelos de elementos finitos foram desenvolvidos para simular um molar hígido e molares com restaurações MOD em amálgama e em resina composta. A localização e magnitude das principais tensões resultantes da aplicação de cargas mecânicas e térmicas simultâneas foram determinadas para cada modelo usando uma série de delineamentos experimentais. Uma análise de variância foi realizada com os componentes das tensões para distinguir a influência dos parâmetros intra-bucais e da restauração na distribuição das tensões em cada molar. A tensão máxima no molar hígido foi a maior de todas as condições avaliadas e ocorreu na região de dentina ao longo da parede pulpar. As principais tensões nos molares com

restaurações de amálgama e de resina ocorreram ao longo da margem cavosuperficial. Nas restaurações de amálgama, as principais tensões ocorreram na junção das paredes pulpar e lingual, resultantes da aplicação de elevadas cargas oclusais. Apesar de o carregamento oclusal ter apresentado mínimo efeito na distribuição de tensões em um molar com restauração de resina, as baixas temperaturas foram responsáveis por maiores tensões, localizadas na junção entre a margem lingual e a superfície oclusal. Concluiu-se que não houve diferença na magnitude dos máximos valores de tensão que ocorreram nos molares com restaurações de amálgama e de resina, porém a localização e orientação dessas tensões foram amplamente dependentes do material restaurador. A redução da resistência à fratura de dentes posteriores restaurados parece ser resultado das mudanças na localização das tensões máximas geradas pela mastigação e alterações térmicas.

Musanje & Ferracane (2004) avaliaram os efeitos da viscosidade e do tratamento de nanopartículas nas propriedades mecânicas de compósitos híbridos experimentais. Três formulações de resinas foram preparadas variando a proporção da porcentagem em massa na relação entre os monômeros TEGDMA:UDMA:Bis-GMA (47:33:16%; 30:33:33%; 12:33:51%), resultando em compósitos com baixa, média e alta viscosidade. Os compósitos continham 71,3% em massa de partículas silanizadas de vidro de estrôncio e 12,6% em massa de sílica, silanizada ou não. Foram realizados testes para avaliar a resistência à flexão de 3 pontos, o módulo de elasticidade, a resistência à fratura e a dureza Knoop após 24 horas, 1 e 6 meses de armazenagem dos espécimes em água. O grau de conversão dos compósitos também foi determinado 24 horas após a fotoativação por meio de Espectroscopia Transformada de Fourier. Os compósitos com menor viscosidade apresentaram maior grau de conversão do que os preparados com média e alta viscosidade. A adição de partículas silanizadas nos compósitos não apresentou efeitos sobre o grau de conversão. A análise estatística mostrou que o tratamento das nanopartículas, a viscosidade da resina e

o envelhecimento dos compósitos tiveram significantes efeitos sobre todas as propriedades mecânicas testadas, porém não houve interação entre os três fatores. A incorporação de partículas silanizadas aumentou de maneira significante a resistência à flexão, a resistência à fratura e a dureza Knoop dos compósitos com alta viscosidade. O módulo de elasticidade foi minimamente influenciado pela adição de partículas silanizadas nos compósitos. As nanopartículas não silanizadas não influenciaram significantemente as propriedades dos compósitos híbridos ao logo do tempo. A viscosidade mostrouse um importante determinante das propriedades dos compósitos resinosos. A adição de 12,5% em peso de nanopartículas não silanozadas não afetou negativamente as propriedades dos compósitos odontológicos.

Em 2005, Fong et al. estudaram um novo compósito polimérico odontológico, monômero poliedro oligomérico contendo 0 metacrilato silesquioxano (POSS-MA) substituindo completamente ou parcialmente o monômero Bis-GMA. Cinco resinas experimentais foram formuladas contendo as seguintes composições (% em massa): POSS1 – Bis-GMA (50%) + TEGDMA (50%); POSS2 – POSS-MA (2%) + Bis-GMA (48%) + TEGDMA (50%); POSS3 – POSS-MA (10%) + Bis-GMA (40%) + TEGDMA (50%); POSS4 – POSS-MA (25%) + Bis-GMA (25%) + TEGDMA (50%); e POSS5 – POSS-MA (50%) + TEGDMA (50%). Frações de 0,2% em massa de CQ e 0,8% em massa de 4EDMAB foram adicionadas em todas as resinas. Para os testes mecânicos partículas de vidro de Bário (70%) foram adicionadas às misturas. As propriedades mecânicas foram testadas numa máquina de ensaios universal conforme especificações da ASTM F417-78 (resistência à flexão e módulo de Young) e da ADA No. 27 (resistência à tração diametral). A contração volumétrica foi medida usando um dilatômetro de mercúrio, e a técnica de aproximação infravermelha (NIR) foi usada para avaliar o grau de conversão das duplas ligações do metacrilato e a taxa de polimerização. Os resultados indicaram que pequena quantidade de POSS-MA para substituir o Bis-GMA (frações de 10% ou menos) em sistemas resinosos melhorou as

propriedades mecânicas dos compósitos. Essa substituição em grande quantidade resultou em propriedades mecânicas menos desejáveis, menor grau de conversão das ligações duplas do metacrilato, e taxa de polimerização mais lenta. Análises estatísticas mostraram que a máxima resistência à flexão foi obtida quando 10% do Bis-GMA foi substituído por POSS-MA. O maior módulo de Young ocorreu quando a fração de POSS-MA foi de apenas 2%.

Neumann et al. (2005) determinaram o coeficiente de extinção molar de quatro fotoiniciadores e os perfis de densidade de energia de aparelhos fotoiniciadores de luz halógena e LED. Os fotoiniciadores óxido mono-acilfosfina (MAPO), óxido bis-acilfosfina (BAPO), fenilpropanodiona (PPD) e canforoquinona (CQ) foram dissolvidos em um solvente à base do monômero metil metracrilato. Os espectros de absorção de cada fotoiniciador foram determinados em uma escala de 200-600nm usando um espectrofotômetro de luz ultravioleta e visível, porém apenas os espectros visíveis e próximos ao espectro ultravioleta, semelhantes aos emitidos pelas lâmpadas dos aparelhos fotoativadores foram de interesse (360-550nm). A absorção do espectro foi registrada para cada sistema fotoiniciador e os coeficientes de extinção foram calculados a partir dos valores de absorbância das misturas de monômeros e fotoiniciadores, usando a lei de Beer-Lambert. Os resultados mostraram que a CQ possui a absorção máxima na região de espectro azul, porém a máxima do PPD, MAPO e BAPO estava na região ultravioleta, e sua absorção se estendeu para a região de luz visível. A energia máxima alcançada pelos aparelhos fotoativadores foi em 467 (Ultrablue I), 454 (Ultrablue IS) e 493 nm (Optilux 401), e a irradiância total foi de 170±1, 470±4 e 444±4mW/cm², respectivamente. Concluiu-se que em concentrações semelhantes de fotoiniciadores, o MAPO e a CQ foram mais eficientemente ativados pela unidade de luz halógena, enquanto que a unidade de luz LED foi mais eficiente para o BAPO. O PPD foi fotoativado de maneira similar para os dois tipos de luz avaliados.

Weinmann et al. (2005) compararam o perfil do compósito resinoso à base de Silorano, que polimeriza a partir do processo de abertura do anel catiônico, com diferentes resinas à base de metacrilato. A resina Filtek Silorano foi comparada com as resinas Filtek Z250, Filtek P60, Tetric Ceram, SpectrumTPH, Orange, Aelite LS, Quixfil e Solitaire 2. O módulo de elasticidade, a resistência a flexão e a estabilidade em luz ambiente foram determinadas de acordo com a norma ISO 4049. Os métodos de Arquimedes e do disco aderido foram usados para mensurar a contração volumétrica. O compósito Silorano apresentou a menor porcentagem de contração de polimerização tanto com o método do disco aderido (0,94% em volume) quanto com o método de Arquimedes (0,99% em volume) e sua reatividade foi comparável com a da Tetric Ceram. A estabilidade em luz ambiente do Silorano foi de 10 minutos, maior que a encontrada nos compósitos à base de metacrilato, que variou de 55 a 90 segundos. A química pela abertura do anel encontrada nos Siloranos permitiu a obtenção de valores de contração menores que 1% em volume e parâmetros mecânicos comparáveis aos compósitos convencionais.

Floyd & Dickens (2006) avaliaram a conversão das duplas ligações dos sistemas poliméricos UDMA/TEGDMA e Bis-GMA/TEGDMA e analisaram a formação da cadeia polimérica de espécimes resinosos com os mesmos monômeros avaliando as ligações cruzadas e ligações duplas pendentes. O TEGDMA foi misturado com Bis-GMA ou UDMA, a canforoquinona foi usada como iniciador e o 4-etil-dimetilaminobenzoato como co-iniciador. Amostras de cada formulação foram irradiadas por 1minuto para formar polímeros. Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier foi usada para medir a conversão das duplas ligações. A fração residual livre de solvente extraída foi analisada por meio de uma espectroscopia de ressonância magnética nuclear de hidrogênio (H NMR). Após a mistura da matriz orgânica com partículas de óxido de bário silanizadas (1:3), a resistência à flexão foi medida com um dilatômetro de mercúrio

computadorizado. Os resultados indicaram que a quantidade de monômero base exerceu forte influência sobre os aspectos estudados. O aumento da concentração de monômero base diminuiu a conversão das duplas ligações e a formação da cadeia polimérica, porém elevou a fração de solução coloidal. Em frações molares acima de 0,125, OS polímeros com UDMA apresentaram conversão significantemente maior que os com Bis-GMA. Os polímeros com Bis-GMA tiveram maior quantidade de liberação de monômeros, enquanto que as misturas de UDMA mostraram maior quantidade de ligações cruzadas. As propriedades físicas dos compósitos testadas mostraram que a maior quantidade de monômero base aumentou a resistência à flexão e diminuiu a contração volumétrica. Em compósitos ricos em UDMA ocorreu maior contração quando comparados aos materiais à base de Bis-GMA com frações de 0,50mol ou menos. A resistência à flexão não foi influenciada pela diferença entre os monômeros. Desta forma, dados da conversão de duplas ligações em conjunto com a liberação de monômeros mostraram-se importantes para avaliar a estrutura da cadeia polimérica. Porém, propriedades físicas como a resistência à flexão e a contração de polimerização também dever ser consideradas para o desenvolvimento de materiais duráveis.

Em 2007, Ogunyinka *et al.* estudaram o efeito do tipo e da concentração do sistema fotoiniciador e co-iniciador na reação de polimerização e no grau de conversão de formulações de compósitos resinosos experimentais. Cada resina experimental era composta de Bis-GMA:TEGDMA (6:4), fotoiniciadores: CQ, PPD ou Benzil (BZ) na concentração de 0,2% em massa. Cada resina continha vários tipos (DABE, CEMA e DEPT) e concentrações (0,0%; 0,1% ou 0,3%) de co-iniciadores. Partículas de vidro silanizadas (74% em massa) foram homogeneamente misturadas à matriz orgânica. Espécimes com 4mm de diâmetro por 2mm de espessura foram fotoativados por 10, 20 ou 40s com unidade fotoativadora de luz halógena (685±8mW/cm²) ou com um LED de primeira geração (267±3mW/cm²). Alterações na transmissão de luz através do

espécime ao longo da fotoativação foram registradas usando a técnica do diodo estabilizado por computador. Posteriormente, os espécimes foram pulverizados e o grau de conversão dos monômeros em polímeros foi determinado por meio de espectroscopia de reflectância difusa. Os resultados mostraram que espécimes contendo CQ e PPD fotoativados com luz halógena não apresentaram alterações significantes no grau de conversão ou alterações na transmissão de luz; entretanto, aumento significante no grau de conversão foi observado para a CQ comparada com o PPD nos espécimes fotoativados com luz LED. DABE e CEMA foram co-iniciadores mais efetivos que o DEPT. Apesar de o grau de conversão não ter sido limitado pela concentração de co-iniciadores, a ausência de um coiniciador resultou em diferenças marcantes na transmissão de luz e diminuíram o grau de conversão com a irradiação com luz LED durante 40s. Conclui-se que a faixa do espectro emitido por diferentes fontes de luz e as características de absorção do sistema fotoiniciador usado nos compósitos resinosos têm importante papel na eficiência da polimerização desses materiais.

Schroeder & Vallo (2007) compararam a eficiência de sistemas fotoiniciadores contendo canforoquinona/amina de uma resina odontológica à base de Bis-GMA/TEGDMA (70/30). A canforoquinona (CQ) foi usada em dimetilaminoetilmetacrilato combinação aminas: (DMAEMA), com as etildimetilaminobenzoato (EDMAB), álcool feniletil dimetilamina (DMPOH) e tetrametilamina (TMA) em diferentes concentrações. A Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier foi usada para avaliar o grau de conversão das resinas em diferentes tempos de fotoativação da matriz resinosa (2, 10, 20 e 40s). A fonte de luz usada para a polimerização das resinas foi uma unidade fotoativadora de luz LED com 400mW/cm². A partir dos perfis de conversão obtidos, a ordem de habilidade aceleradora das aminas testadas foi EDMAB = DMPOH > TMA > DMAEMA. Os perfis de conversão para todas as resinas foram sensíveis ao tempo de irradiação. Para determinado tempo de exposição de luz, as amostras fotoativadas com exposição seqüencial

apresentaram menor grau de conversão quando comparadas às amostras ativadas com irradiação contínua. Os resultados obtidos no estudo revelaram o potencial benéfico do uso da amina DMPOH em compósitos odontológicos fotoativados.

Em 2008, Schneider et al. avaliaram o grau de conversão, a dureza Knoop, a taxa de polimerização máxima e o amarelamento de compósitos resinosos experimentais ativados por diferentes fotoiniciadores. Os monômeros Bis-GMA e TEGDMA foram misturados em partes iguais. Os fotoiniciadores CQ e PPD, e a combinação dos dois em partes iguais de massa foram usados. Amina terciária (EDMAB) foi adicionada ao fotoiniciador na proporção de 2:1 (em massa). Três concentrações dos iniciadores foram testadas: baixa (0,33%), média (0,66%) ou alta (1,00%). O inibidor BHT foi adicionado à mistura em 0,05%. Partículas silanizadas (60% em massa) de vidro de estrôncio e sílica fundida (15:1) foram adicionadas à matriz orgânica. Todos os procedimentos de fotoativação foram realizados com luz halógena por 40s com 230mW/cm², exceto para o teste de amarelamento, onde foi usada uma irradiância de 514mW/cm². A absorção do fotoiniciador e a emissão de luz halógena foram medidas usando um espectrofotômetro. A polimerização em tempo real foi avaliada por meio de varredura calorimétrica (DSC), a partir da qual a taxa de polimerização máxima e o grau de conversão foram obtidos. A dureza Knoop foi medida na base dos espécimes, e posteriormente o mesmo espécime foi usado para avaliação do grau de conversão a partir da contagem das duplas ligações (C=C) por meio de Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier. Testes de correlação foram aplicados entre a energia absorvida e o grau de conversão, a taxa de polimerização máxima e a dureza knoop. Os resultados mostraram que a energia absorvida aumentou com a maior concentração de fotoiniciadores e as amostras com PPD apresentaram os menores valores. Em geral, o grau de conversão máximo foi alcançado em concentrações intermediárias, enquanto que a taxa de polimerização máxima e a dureza Knoop necessitaram de elevadas concentrações

de fotoiniciadores para alcançar os maiores valores. O grau de conversão foi similar para todos os fotoiniciadores, porém a taxa de polimerização máxima foi menor com o PPD e CQ/PPD (CQ > CQ/PPD > PPD). O PPD produziu o menor valor de dureza. O amarelamento aumentou com a maior concentração de fotoiniciadores. O PPD não reduziu o amarelamento em concentrações média e/ou alta, comparado com as formulações com CQ. A quantidade de energia absorvida mostrou relação significante com as propriedades testadas. Em conclusão, o uso do PPD ou CQ/PPD reduziu a taxa de polimerização máxima em compósitos experimentais sem afetar o grau de conversão. O PPD não reduziu o amarelamento, mas diminuiu a dureza desses compósitos. O grau de conversão, a taxa de polimerização máxima e a dureza Knoop foram dependentes da densidade de energia absorvida pelo compósito.

2.2. Contração de polimerização

Em 1989, Feilzer *et al.* mediram a contração de polimerização nas paredes de alguns compósitos resinosos e resinas sem carga usadas em finas camadas. Os materiais usados no estudo foram: os compósitos resinosos quimicamente ativados P10 e Enamel Bond (EBcc), e os fotoativados P300 e Enamel Bond (EB1j). A contração de polimerização nas paredes foi medida com aparato uni-axial com sistema de medida posicionado em um tubo de vidro vertical, um sensor no disco de alumínio no qual a resina foi inserida e polimerizada. Com a contração da resina o disco de alumínio era suspenso e a contração linear em função do tempo pôde ser registrada. A contração linear foi expressa como a porcentagem do comprimento original da amostra e estudada sob duas condições: com os materiais resinosos livres ou aderidos às duas superfícies opostas. Foi verificado que a contração nas paredes aumentou até valores próximos ao da contração volumétrica, quando a distância entre as paredes diminuiu, ou seja, quando o fator C aumentou, e alcançou um valor quase três vezes maior do que a contração de polimerização linear. Esse experimento mostrou que para finas camadas de resina, a contração volumétrica foi direcionada para apenas uma direção, perpendicular às paredes. Além disso, com Fator C = 3 a contração de polimerização nas paredes, excedeu o valor da contração linear livre.

Em 1994, Suliman et al. estudaram a relação da contração de polimerização de dois compósitos resinosos (P50 e Heliomolar Radiopaque) com a deformação das cúspides de pré-molares com restaurações MOD. A contração de polimerização livre foi medida com dilatômetro. O incremento do compósito não polimerizado foi inserido num recipiente com água destilada e posteriormente fotoativado por 120s. O nível de água foi registrado a cada cinco minutos durante 1 hora. A diminuição do nível de água representou a mudança do volume do compósito e a porcentagem da contração volumétrica foi calculada e convertida em porcentagem linear. A deflexão interna das cúspides onde a resina foi inserida foi medida com duas técnicas: microscopia e interferometria de Michelson, com espécimes secos e hidratados. Os valores de contração linear foram 0,9% para o Heliomolar e 1,1% para o P50. A deformação das restaurações MOD após 60 minutos mostrou que houve diminuição no sentido vestíbulo-ligual. Em geral, o compósito com alto conteúdo de carga levou à maior deformação das cúspides do que o compósito com pouca carga. Os dentes hidratados exibiram menor deformação pela contração de polimerização da resina guando comparados aos desidratados. Maiores deformações entre as cúspides foram medidas com a técnica de microscopia. Concluiu-se que a deformação das cúspides em prémolares refletiu a contração de polimerização medida pelo dilatômetro. Os compósitos resinosos com maior contração causaram maior deformação das cúspides. A hidratação do dente influenciou a quantidade de deformação das cúspides.

Price *et al.* (2000) estudaram o efeito da interrupção da exposição da luz na contração volumétrica e no módulo elástico das resinas comerciais SureFil, AEliteflo, Pertac II e Z100, e de uma resina experimental sem carga. Anéis de

vidro com 5mm de diâmetro por 2mm de altura foram condicionados e silanizados. A densidade e o volume dos anéis foram calculados antes que eles fossem preenchidos com as resinas. As resinas foram fotoativadas por 40s em cada lado usando unidade fotoativadora de um passo com ponta de 11mm de diâmetro ou com unidade de fotoativação de dois passos com a ponta de 10mm de diâmetro. Os espécimes foram pesados 24 horas após a fotoativação para cálculo da densidade e volume. O cálculo da contração volumétrica de cada resina foi feito usando equações que levaram à obtenção do valor da porcentagem de contração. O módulo elástico foi determinado usando o método ultra-sônico, e a porcentagem do conteúdo de partículas de carga foi determinada por uma análise termogravimétrica. As médias e desvios padrões dos valores de contração de polimerização variaram de 3,10±1,19% para a resina SureFil com o método de ativação de um passo para 12,35±1,38% para a resina experimental com o método de ativação interrompido. A resina sem carga apresentou maiores valores de contração, seguido pela resina fluida (AEliteflo). Para todos os materiais, não houve diferença significante na contração de polimerização quando os diferentes métodos de fotoativação foram usados. Não houve diferença na contração de polimerização entre as resinas híbridas (Pertac II, Z100 e Surefil). Não houve diferença entre os módulos elásticos das resinas quando o método de ativação variou, exceto para a Z100. Os valores do módulo elástico foram sensíveis ao conteúdo de carga, onde valores maiores estavam associados com o aumento no conteúdo de carga. O método de ativação em dois passos com baixa intensidade de luz seguida pela alta intensidade parece não afetar a porcentagem de contração volumétrica e o módulo elástico das resinas compostas testadas nas condições do estudo. A contração volumétrica e o módulo elástico foram influenciados pelo conteúdo de carga presente na resina.

Aw & Nicholls (2001) compararam a quantidade de contração linear que ocorreu imediatamente após a polimerização em seis resinas com alto conteúdo de carga (Alert, Ariston, P60, Prodigy, Solitaire e SureFil) e duas resinas híbridas

(TPH-Spectrum e Z100). Foi usado um dispositivo metálico com uma fenda de 2 x 6 x 38mm, onde dois blocos com 2 x 5 x 6mm foram inseridos com liberdade para deslocamento. Os dois blocos foram afastados aproximadamente 4mm e esse espaço foi preenchido com a resina. A distância entre os dois pontos terminais dos blocos foi mensurada antes e após a fotoativação, com auxílio de microscópio com movimentação nos eixos X e Y, e precisão de 0,001mm. A diferença entre as medidas forneceu o valor da contração dimensional linear que ocorreu com a resina durante a polimerização. A média percentual da contração dimensional linear que ocorreu para as resinas testadas seguiu a seguinte ordem crescente: Alert < P60 < Surefil < Solitarie < Z100 < TPH-S < Ariston < Prodigy. Sendo que as resinas Solitaire, Ariston, Prodigy, Z100 e TPH-S. Concluiu-se que existiu moderada associação entre o volume de carga do compósito e a contração de polimerização, outros fatores como o tamanho da carga e a química da resina também podem influenciar essa propriedade.

Yap *et al.* (2001) investigaram a influência de diferentes métodos de fotoativação na efetividade da polimerização e contração pós-gel de um compósito resinoso (Z100). Os métodos de ativação usados foram: de alta intensidade (com 540mW/cm²), baixa intensidade (374mW/cm²) e soft-start envolvendo a modulação da energia em dois passos (60% da ativação em menor intensidade, 20% com baixa intensidade e 20% com alta intensidade – 289; 354; 433mW/cm²). Os tempos de fotoativação usados para todos os métodos foram 40, 80 e 120 segundos. A efetividade da polimerização foi avaliada por meio do gradiente de dureza nas superfícies de topo e base dos espécimes após os diferentes tempos de fotoativação. A contração de polimerização linear foi medida por meio da técnica de s*train gauge*, onde a alteração dimensional durante a polimerização foi monitorada continuamente a cada 10s até 40s, e em 60s, 80s e 120s. A porcentagem de contração linear foi calculada. Os resultados mostraram que a efetividade da polimerização geralmente aumentou com o aumento no tempo de

polimerização. Apesar da modulação da intensidade de energia ter resultado em menor contração de polimerização quando comparada ao método de alta intensidade de energia, nenhuma diferença significante entre os três modos de ativação foi observada.

Em 2004, Loguercio *et al.* mediram a contração de polimerização linear, extensão de fenda e resistência coesiva com o adesivo de compósitos resinosos aplicadas em restaurações com diferentes fatores de configuração cavitária (FC) e diferentes técnicas de preenchimento (inserção única ou incremental). A resina Z250 foi inserida em um ou três incrementos em cavidades com 4x4x2mm³ (FC=3) ou na superfície de dentina plana (FC=0,3) preparadas em dentes bovinos. Uma sonda foi colocada na superfície do compósito resinoso após a sua inserção na cavidade com a finalidade de medir o deslocamento na direção topo-base. Como a profundidade de cada cavidade foi cuidadosamente registrada antes da inserção da resina a porcentagem de contração linear pôde ser obtida. A metade das amostras foi seccionada para a obtenção de palitos para o teste de resistência a tração. As amostras restantes foram seccionadas e o comprimento da fenda gerada pela polimerização foi medido em duas direções. Os resultados mostraram que sob a condição com baixo Fator C, a contração de polimerização linear foi similar para as duas técnicas de inserção. Entretanto, com alto Fator C a técnica incremental (1,57%) reduziu a contração quando comparada à inserção única (1,95%). A extensão da fenda e a resistência de união não demonstraram interação com a técnica de inserção, porém em condições mais restritas a extensão da fenda foi maior e a resistência de união diminuiu. Concluiu-se que apesar da redução parcial da contração de polimerização linear com elevado Fator C e restauração pela técnica incremental, os efeitos das tensões da contração de polimerização não foram minimizados.

Soh *et al.* (2004) compararam a contração pós-gel de um compósito resinoso usando duas fontes de luz LED (uma de alta intensidade e outra com intensidade muito alta) com diferentes modos de ativação. O método convencional

de fotoativação com luz halógena foi usado como controle. Os seguintes modos de ativação foram investigados: contínuo, início lento, ativação em pulso e alta intensidade, e divididos entre as unidades fotoativadoras resultando em 10 grupos de teste. Os terminais do extensiômetro foram conectados ao dispositivo que monitora a tensão, inicialmente ajustados em zero. As alterações dimensionais foram efetivamente transferidas para os padrões de medidas e valores em termos de resistência. A contração de polimerização linear foi obtida. A contração associada aos vários modos de fotoativação mostrou valores significantemente menores para o LED e-Light do que para o Max (controle), imediatamente e 1 minuto após a fotoativação. Nenhuma diferença significante foi observada entre o controle e os vários modos de luz/ativação 10, 30 e 60 minutos após a fotoativação. Nas condições do estudo, a contração de polimerização pós-gel imediatamente após a fotoativação variou de 0,16% a 0,36% para os fotoativadores de luz LED. Para a luz halógena a variação foi de 0,27% a 0,38%. Em todos os intervalos de tempo, a contração pós-gel associada aos modos de ativação contínua foi estatisticamente maior do que os modos de início lento para os fotoativadores FreeLight e Elipar TriLight.

Em 2005, Palin *et al.* avaliaram o potencial de um novo compósito com baixa contração de polimerização em reduzir as tensões de contração de polimerização geradas na interface dente-restauração comparado com compósitos tradicionais à base de metacrilato. A deflexão das cúspides e a micro-infiltração de cavidades MOD restaurados com compósitos experimentais à base de oxiranos e siloranos (EXL596 e H1), e metacrilatos (Z100 e Z250) foram investigadas. Cavidades MOD em pré-molares foram restauradas e fotoativadas como recomendado pelo fabricante de cada material. A flexão das cúspides vestibular e palatina foi registrada durante a polimerização dos compósitos usando um medidor preciso de deflexão. Os dentes restaurados foram termociclados com 500 ciclos, corados com fuccina 0,2% por 24 horas e seccionados para avaliação da micro-infiltração. O grau de conversão de cada compósito foi avaliado com

Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier. A relação dos picos de cadeias alifáticas com cadeias aromáticas foi avaliada antes e após irradiação nos tempos 0,1; 0,5; 1; 4; 24 e 48h, para determinar a porcentagem de ligações alifáticas insaturadas remanescentes no material. Os resultados indicaram que menor deflexão das cúspides foi observada para EXL596 (2,5±0,9µm) e H1 (6,0±1,8µm) comparados com Z100 (20,0±4,7µm) e Z250 (16,5±3,3µm). As cavidades restauradas com EXL956 mostraram micro-infiltração significantemente maior do que os outros materiais, e o compósito H1 apresentou diminuição da micro-infiltração significante comparado com a Z250. O grau de conversão do EXL596 e H1 foi significantemente menor quando comparado com Z100 e Z250 nos tempos 0,1; 0,5 e 1 hora. Esses resultados podem sugerir que compósitos com monômeros oxiranos e siloranos associados à baixa deflexão das cúspides pode estar associado à baixa tensão de contração de polimerização na interface dente-restauração. O menor grau de conversão em 0,1h dos compósitos com oxiranos comparado aos com metacrilato forneceu informação a respeito da taxa de polimerização dos mecanismos de polimerização catiônica e com radicais livres, respectivamente.

Uhl *et al.* (2005) investigaram a influência do tipo de luz do aparelho fotoativador usado sobre a contração volumétrica de um compósito resinoso. Dois aparelhos de luz LED (Freelight I e o protótipo LED63) e um de luz halógena (Elipar Trilight) foram usados. Dois modos de ativação foram usados com a luz halógena: modo padrão e modo soft-start (exponencial). Quatro compósitos odontológicos foram usados no estudo: Z100, Spectrum TPH, Definite e Solitaire2. A contração volumétrica foi determinada usando o método de Arquimedes após 5, 10, 20 e 40s durante a fotoativação e após 120s após a fotoativação com cada aparelho. Não houve diferença significante na contração de polimerização dos compósitos Z100, Spectrum ou Solitaire2 quando o LED63 foi usado substituindo o Trilight. Houve diferença estatística significante na contração volumétrica quando o compósito Definite foi fotoativado com o LED63 comparado com o Trilight.

Quando o Trilight foi usado por 40s no modo soft-start, em geral, todos os compósitos mostraram menos contração volumétrica comparado com o modo padrão. Após 120 s não houve diferença estatística para a contração volumétrica dos compósitos entre os dois modos de ativação. Este estudo mostrou que não existe diferença na contração dos compósitos odontológicos quando fotoativados com aparelhos de luz LED ou halógena. Os compósitos contendo apenas CQ como fotoiniciador mostraram comportamento semelhante quando a luz halógena ou a LED são usadas para a fotoativação.

Bouillaguet et al. (2006) mediram a deformação do dente em resposta à polimerização de cinco compósitos resinosos por meio de interferometria eletrônica. Cavidades MOD (2mm x 2,5mm x 11mm) foram preparadas em molares humanos. Os compósitos resinosos Tetric Flow, Tetric Ceram, Premise, QuiXfil e Hermes foram usados. Uma ponta termoelétrica foi fixada na face interna da cúspide lingual para monitorar alterações térmicas durante o processo de polimerização. Os espécimes foram colocados dentro do ESPI e posteriormente as cavidades foram preenchidas em incremento único com o compósito (0,15g por cavidade). As resinas foram fotoativadas por 40s com 1000mW/cm². O deslocamento da cúspide lingual do dente durante a polimerização do compósito foi medido com o ESPI. Análise da microdureza Vickers foi usada como um método indireto para avaliar o grau de polimerização do material resinoso dentro da cavidade. Experimentos com preparos vazios demonstraram que a técnica ESPI foi sensível às alterações dimensionais. A correlação entre a contração de polimerização dos compósitos resinosos e a deformação do dente medida com ESPI não foi muito evidente. Um material fluido não apresentou deformação do dente significantemente maior que um híbrido convencional. O material experimental à base de silorano (com menos contração axial) induziu a menor deformação do dente. Os autores concluíram que o ESPI foi um método viável para avaliar a deformação das cúspides induzida pela contração das restaurações,
porém os dados de contração de polimerização podem superestimar a deformação do dente induzida pela contração.

Em 2006, Lee et al. investigaram o efeito da consistência, geometria e adesão do espécime na contração de polimerização axial de compósitos resinosos fotoativados. As resinas Z100, P60, Filtek Flow e Tetric Ceram foram examinadas. A contração de polimerização axial dos compósitos foi determinada usando o método do disco aderido e o método de contração livre com variados fatores C a partir da alteração da geometria do espécime. As medidas da contração axial foram comparadas com a contração volumétrica livre. A consistência dos compósitos foi comparada com teste de compressão do compósito não polimerizado entre duas plataformas paralelas. A medida da contração axial e volumétrica dos compósitos usando o método não aderido foi aproximadamente um terço da real contração volumétrica como resultado da contração isotrópica. Quando o método do disco aderido foi usado, a contração axial chegou a ser maior que a contração volumétrica, devido à anisotropia, considerando que o número de superfícies aderidas aumentou. Assim, a contração axial aumentou com o aumento do fator C. Nas resinas fluidas, o nível de contração axial foi menor que o esperado, compensado pelo escoamento radial da resina. Os autores afirmam que quando a avaliação da contração axial foi realizada com o método do disco aderido, o elevado fator C (acima de 5) e a consistência do material são importantes fatores a serem considerados.

Lu *et al.* (2006) compararam as propriedades mecânicas, a resistência ao desgaste e a contração de polimerização de um compósito resinoso com partículas esféricas (Estelite) com um nano-particulado (Filtek Supreme), dois com micro-partículas (Heliomolar e Renamel Microfill) e dois compósitos híbridos (Esthet X Improved e Tetric Ceram). Para avaliação das propriedades mecânicas, foram realizados os testes de resistência à compressão, resistência à tração diametral, resistência a flexão e módulo de elasticidade de acordo com as normas ISO. A resistência ao desgaste foi ensaiada com máquina de desgaste por 400.000 ciclos e a quantidade de desgaste foi medida com um perfilômetro tridimensional como a quantidade total de material perdido, em volume. A contração de polimerização foi obtida pelo método de Arquimedes 1, 24 e 48 horas após a polimerização. Para isso, cerca de 0,4 - 0,5g da resina foram pesadas em balança eletrônica em aparato de densidade a seco e em água. A pasta foi fotoativada por 90 segundos. As resinas foram novamente pesadas após os tempos determinados e a contração volumétrica foi calculada. Os resultados mostraram que a resistência à compressão variou de 252 a 298MPa, a resistência a tração diametral variou de 35 a 54MPa, a resistência a flexão de 73 a 140MPa, o módulo de elasticidade de 4,8 a 11,10GPa, os valores de desgaste de 0,037 a 0,086mm³ e a contração de polimerização em 24 horas variou de 2,17 a 3,96% em volume. O tipo de compósito teve influencia estatisticamente significante nas propriedades testadas. Concluiu-se que a Estelite se comportou de maneira similar aos compósitos nanoparticulado e híbridos em relação às propriedades mecânicas e a resistência ao desgaste, porém em relação à contração de polimerização, a Estelite e a Supreme tiveram os menores valores dentre os materiais testados. Todos os compósitos apresentaram um padrão de contração semelhante, onde 99% da contração total ocorreram em menos de 24 horas.

Ainda em 2006, Truffier-Boutry *et al.* estudaram todos os fenômenos que ocorrem na matriz orgânica após a fotoativação. A princípio, para determinar a temperatura de transição vítrea (T_g) da matriz orgânica, um estudo térmico foi realizado usando um Analisador Mecânico Dinâmico (AMD). Máquina para análises mecânicas térmicas (AMT) foi usada para estudar o fenômeno da contração em determinadas temperaturas. Posteriormente, um modelo baseado nas medidas do módulo de Young usando Espectroscopia Raman e Ressonância Eletrônica foi proposto para explicar a origem da contração tardia. A resina estudada era composta por Bis-GMA:TEGDMA (7:3) e a canforoquinona como sistema iniciador (1% em massa). Esta matriz orgânica representou aproximadamente 20% em massa do compósito resinoso, sendo o restante

constituído por partículas inorgânicas. Porém o estudo se concentrou apenas na matriz orgânica. As amostras foram fotoativadas com o método padrão por 40s e 900mW/cm². A temperatura de transição vítrea aumentou significantemente durante a pós-ativação. As mesmas amostras foram avaliadas pela AMT em temperatura ambiente e a contração foi observada. O grau de conversão não aumentou significantemente e a contração ocorreu em temperatura menor que a T_a , isso leva à hipótese de que um fenômeno físico deve ocorrer e pode, em ser responsável por um fenômeno químico secundário (póstermos. polimerização). Como a polimerização das resinas odontológicas é muito rápida, grande excesso de volume livre é aprisionado em amostras não equilibradas. Como não há tempo para retornar ao equilíbrio, o volume livre diminui abaixo da T_{α} e as amostras contraem fisicamente durante as primeiras 24 horas. Conseqüentemente, radicais livres se encontram e passam por uma propagação limitada, porém alcançam significante terminação, justificando a redução de volume.

Park *et al.* (2008) determinaram a influencia de diferentes técnicas de inserção na deflexão das cúspides de restaurações de resina composta direta. Blocos de alumínio foram usados para preparar cavidades MOD que foram separadas em três grupos. Essas cavidades tiveram suas superfícies internas jateadas e silanizadas e foram restauradas com um compósito restaurador (Z250) usando três técnicas de inserção. O grupo 1 foi restaurado com um incremento, o grupo 2 com a técnica incremental horizontal e o grupo 3 com a técnica incremental oblíqua. Todas as restaurações foram fotoativadas por 80s (tempo total) com 800mW/cm². A deflexão das cúspides foi medida com sondas de variação linear (LVDT) e comparadas entre os grupos. Os resultados revelaram que os valores de deflexão das cúspides dos grupos 1, 2 e 3 foram 21,6±0,90µm; 19,3±0,73µm e 18,4±0,63µm, respectivamente. A técnica de inserção única resultou em deflexão das cúspides significantemente maior do que as técnicas incrementais. Não houve diferença significante quando as técnicas incrementais

(horizontal e oblíqua) foram comparadas entre si. Concluiu-se que a deflexão das cúspides resultante da contração de polimerização pode ser reduzida por técnicas de inserção incremental para serem obtidos melhores resultados clínicos.

2.3. Tensão de contração de polimerização

Feilzer et al. (1987) estudaram a tensão de contração de polimerização dos compósitos resinosos Silar e P10 em relação à configuração da cavidade. O material resinoso foi manipulado como indicado pelo fabricante e inserido entre dois discos idênticos paralelos entre si, com diâmetro (D) de 5, 10 ou 15mm. Um dos discos estava conectado à célula de carga e o outro ao tensiômetro. Este arranjo permitiu o registro contínuo da tensão de contração de restaurações simuladas variando o fator C, que é conhecido como a relação entre as superfícies aderidas e as superfícies livres. Para um determinado diâmetro do disco várias distâncias entre os discos (H) foram determinadas. Para os diferentes valores de D e H, o fator C foi calculado. O registro da tensão de contração foi realizado sob condições onde H permanecia constante, assim qualquer contração da amostra, registrada pela célula de carga como a força de contração, era imediatamente contraposta pelo tensiômetro que restabelecia a distância original entre os discos. A tensão de contração de polimerização foi determinada para vários fatores C e vários volumes de amostras com um fator C determinado. Os resultados mostraram que aumentando o fator C a tensão de contração no início da reação de polimerização foi maior. O desenvolvimento da tensão foi acompanhado por 30 minutos, porém em alguns casos isso não foi possível devido à falha adesiva do material. Quando o valor de fator C foi igual a 5, notou-se que quanto maior o volume da amostra mais rapidamente as tensões se desenvolveram, porém elas alcançaram menores valores até a falha. Para o fator C=1, a tensão inicial foi maior para a amostra com menor volume, porém, no final da análise, o maior volume de resina gerou menor tensão de contração de polimerização. Concluiu-se

que o aumento na taxa de tensão de polimerização ocorre com o aumento do fator C que promove diminuição da capacidade de escoamento da resina.

Em 1996, Versluis et al. avaliaram o desenvolvimento da tensão de contração de polimerização em um dente restaurado com técnica incremental. Para a análise por elementos finitos, foi considerada uma cavidade MOD de um pré-molar com o assoalho em dentina. O pré-molar com a cavidade preparada foi malhado e a distribuição de tensões foi avaliada com o software MARC. Quatro técnicas incrementais (vestíbulo-lingual; gengivo-oclusal; obliqua; a combinação de incrementos com formato em U e oblíquos) usadas clinicamente foram consideradas. Todas as técnicas consideravam 4 incrementos. A técnica de inserção do compósito em incremento único também foi avaliada. Para a avaliação, o módulo de elasticidade e o coeficiente de Poisson foram considerados 20GPa e 0,24 para o compósito; 50GPa e 0,30 no esmalte e 12GPa e 0,23 na dentina. Os resultados mostraram que quando existe união bem estabelecida entre o compósito e as paredes da cavidade, as técnicas incrementais aumentaram a deformação do dente restaurado. Esse aumento pode ser causado pela deformação incremental do preparo, o que efetivamente diminuiu a quantidade total de compósito necessária para preencher a cavidade. Isso gerou uma estrutura compósito-dente mais tensionada. Existem vários fatores envolvidos no processo de contração de polimerização que podem afetar a tensão de contração resultante. A técnica incremental resultou em maiores efeitos da contração de polimerização e conseqüentemente maior tensão na interface denterestauração do que a técnica de incremento único.

Bouschlicher *et al.* (1997) investigaram os efeitos do tipo de compósito, intensidade de luz, fator de configuração cavitária (Fator C) e a polimerização a laser na tensão de contração de polimerização. Pares de bastões de vidro foram preparados com ácido fluorídrico e aplicação de silano. Eles foram montados em máquina de teste universal, orientados verticalmente com as superfícies planas paralelas e opostas uma à outra, formando discos com 5mm de diâmetro. Um dos bastões foi acoplado a uma célula de carga. O adesivo All-Bond 2 foi aplicado na superfície silanizada. Os bastões foram posicionados a determinada distância (h) onde o compósito foi inserido e polimerizado. Diferentes alturas foram determinadas, h=2,50mm; h=0,83mm ou h=0,50mm correspondendo a Fatores C de 1,0; 3,0 e 5,0; respectivamente. Os compósitos resinosos Silar, quimicamente ativado; Silux Plus, fotoativado e microparticulado; e Z100, fotoativado e híbrido foram testados. Nesse caso, o Fator C (C = 3,0) e a fonte de luz (D401) foram mantidos constantes. Três níveis de intensidade (100% com 475mW, 50% com 239mW e 25% com 119mW) do aparelho D401 foram avaliados, para isso, os outros fatores envolvidos foram mantidos constantes (Fator C = 3,0 e compósito Z100). Dois diferentes lasers de íons de argônio também foram testados. O ILT ACL-5500 Precision Curing System Model (LAC), com 265mW, uma ponta com 6,5mm de diâmetro e irradiância de 799mW/cm²; e o ILT Model 5500 ABL (LWC), com 365mW e ponta semelhante resultando em irradiância de 1100mW/cm². O tempo de ativação total da amostra foi 40s guando os lasers foram usados. O aparelho D401 possuía 475mW de potência e 13mm de diâmetro na ponta do aparelho, com irradiância de 391mW/cm². Uma ponta turbo de 8,5mm de diâmetro e 811mW/cm² também foi testada com o D401. A força de contração de polimerização foi monitorada por 300s. A força de contração medida em Newtons em função do tempo foi ilustrada graficamente. As variáveis foram consideradas em subarranjos. Para o tipo de compósito, o formato da curva formada foi diferente entre os compósitos fotoativados e o quimicamente ativado. Silar apresentou menor força de contração (25N), seguido pela Silux (65,8N) e a Z100 (90,4N). A intensidade de luz com 100% apresentou maior curva inicial (4,14N/s), com 50% de intensidade a curva inicial caiu para 2,57N/s e para 1,48N/s com 25% de intensidade. Considerando os fatores C = 3 e 5 as curvas iniciais mostradas por esses grupos não foram diferentes, porém o grupo com C=1 apresentou menor força comparado aos outros grupos. As forças máximas foram inversamente proporcionais ao fator C (C5<C3<C1) e diretamente relacionadas ao volume de compósito. Para a fonte de luz, os valores da força em LAC (77,4N) = LWC (79,1

N) < D401, 13mm (90,4N) = D401, ponta turbo (89,4N). O uso de menor intensidade de luz durante a fase de polimerização inicial de materiais com menores módulos ou compósitos de ativação química oferece curvas de força x tempo mais favoráveis à prevenção da união da restauração ao dente.

Davidson & Feilzer (1997) revisaram os métodos para determinar a contração de polimerização e a tensão de contração de polimerização, além dos efeitos clínicos da contração de polimerização de materiais restauradores adesivos. Publicações científicas de relevância foram selecionadas e criticamente revisadas. A polimerização da resina gera uma contração que é dependente da viscosidade do material. Em situações onde o material é polimerizado unido a paredes com estruturas rígidas, a contração da massa não ocorre e toda a contração é compensada por uma tensão gerada no material. Vários métodos para determinar a contração de polimerização volumétrica têm sido relatados na literatura odontológica, onde os mais comuns são o dilatômetro com água ou mercúrio. Dependendo do material, os valores da contração de polimerização livre variam de cerca de 4,0 a 9,0% em volume para resinas sem carga e de mais ou menos 1,0 a 5,0% em volume para os compósitos resinosos e cimentos de polialquenolato de vidro. A tensão de contração ocorre quando a contração é impedida e o material é rígido suficiente para resistir à deformação plástica para compensar o volume original. A magnitude a tensão de contração depende não apenas da resistência das estruturas circundantes, mas também da natureza do material, notavelmente suas propriedades viscoelásticas. Em determinado valor de contração, o material mais rígido irá causar maior tensão. No dispositivo mais comum usado para testar a tensão de contração de polimerização, a amostra do compósito resinoso é colocada entre duas superfícies adesivas opostas que são conectadas à célula de carga e ao tensiômetro. Porém, erros podem ocorrer se a complacência do dispositivo de teste não for considerada. Outro importante fator que pode influenciar o resultado dos testes é a adesão da amostra à superfície adesiva. Caso não haja uma adesão química, tensões reduzidas podem ser registradas devido ao aumento da possibilidade de escoamento do material. Além disso, a porosidade dentro do compósito resinoso também deve ser considerada. Enquanto o volume da massa homogeneamente densa não pode expandir à força, o material poroso pode, devido ao alargamento dos espaços internos. A liberação de tensões pode ser obtida com técnicas que envolvem a configuração da restauração (fator C), o preenchimento da cavidade e a modulação do início da polimerização. Os autores concluíram que um método para manipular materiais restauradores adesivos que garanta uma restauração sem infiltração ainda não foi desenvolvido. Apenas o bom entendimento dos mecanismos que causam esses problemas e das técnicas que podem reduzir seus efeitos pode permitir o aproveitamento máximo dos benefícios dos materiais resinosos.

Em 2000, Davidson relatou os aspectos envolvidos no desenvolvimento das tensões de contração de polimerização em materiais restauradores resinosos. Aspectos a respeito da energia de ativação, das fontes e intensidades de luz, a profundidade de polimerização e da composição do material foram discutidos. Compósitos à base de resina contraem durante a polimerização causando tensões no dente restaurado. O melhor grau de conversão do compósito pode resultar em descontinuidade marginal. Duas alternativas são propostas para controlar as tensões: modulação da energia da luz para promover a fluidez e incorporação de flexibilidade para permitir a complacência da contração. Essas alternativas são dependentes da fonte de luz e do tempo de irradiação. Na Odontologia, pouco tempo de irradiação em combinação com grau de conversão maior e uniforme com baixa tensão de contração de polimerização são desejados. A rápida conversão dos monômeros é proporcionalmente acompanhada com rápido enrijecimento, isso restringe a capacidade de fluidez do material e pode afetar negativamente a integridade marginal da restauração adesiva. O tempo prolongado de irradiação com níveis de energia moderados tem se mostrado mais efetivo para a conversão apropriada e para o controle da tensão do que alta intensidade de energia. A tensão gerada pela contração de polimerização pode

ser controlada pela configuração da cavidade, seleção do material e controle da iniciação da reação. Concluiu-se que a qualidade marginal da restauração pode ser mais eficientemente controlada pela seleção do material do que pela manipulação da energia usada durante a fotoativação.

Pearson & Bouschlicher (2001) mediram o desenvolvimento da tensão de contração de polimerização das resinas Solitaire, Alert, SureFil e Prodigy Condensable, comparadas com o compósito híbrido convencional (Prodigy). Cilindros de aço tiveram as superfícies planas jateadas com CoJet-Sand e silanizadas com ESPE-Sil. Os pares foram acoplados à célula de carga e à máquina de ensaios universal. As superfícies aderidas possuíam diâmetro de 2,5mm e a distância entre elas era de 1,25mm resultando em Fator C de 1,0. A força gerada pela contração de polimerização do compósito após fotoativação com 800mW/cm² durante 20s foi registrada em intervalos de 0,1s durante 240s. O compósito Alert apresentou força de contração significantemente maior que os outros três compósitos condensáveis e o compósito híbrido. Os compósitos Solitaire, SureFil e Prodigy Condensable apresentaram forças de contração máxima estatisticamente semelhantes ao compósito híbrido (controle). A tensão de contração pode ser mais precisamente determinante para a integridade marginal do que a contração volumétrica, pois como a tensão aumenta com a maior quantidade de carga e módulo de elasticidade, a contribuição da menor contração volumétrica pode ser subestimada.

Braga & Ferracane (2002) verificaram a influência do grau de conversão e da velocidade da reação no desenvolvimento da tensão de contração em compósitos resinosos. O compósito foi formulado na proporção de 1:1 em massa dos monômeros Bis-GMA e TEGDMA. A canforoquinona e o DMAEMA foram adicionados na concentração de 0,5%, em massa. Quatro materiais foram preparados variando a quantidade de inibidor (BHT) nas seguintes concentrações: 0,05; 0,2; 0,5 e 1,0% em massa. Nanopartículas foram adicionadas à matriz orgânica representando 40% da massa total do compósito. Para avaliar a

influência do grau de conversão na tensão de contração, o compósito contendo 0,2% de BHT foi fotoativado em diferentes tempos (15, 30, 60 e 120s) usando a mesma unidade fotoativadora com média de densidade de energia de 184mW/cm², resultando em doses de energia de 2760, 5520, 11040 e 22080mJ/cm², respectivamente. Para verificar o efeito de diferentes taxas de polimerização na tensão de contração, os compósitos com diferentes concentrações de BHT foram fotoativados durante 60s com 258mW/cm², resultando em dose de energia de 15480mJ/cm². O compósito foi aderido entre dois cilindros de vidro previamente jateados e silanizados (0,83mm de espessura - Fator C = 3,0), fotoativado conforme descrito anteriormente e a força de contração foi monitorada durante 10 minutos. A tensão de contração máxima foi determinada como o maior aumento de tensão entre dois pontos consecutivos dividido pelo tempo decorrido. O grau de conversão dos compósitos foi determinado com Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier. As medidas da contração volumétrica dos compósitos foram realizadas com dilatômetro de mercúrio. Longos tempos de fotoativação resultaram em maiores conversão, contração e tensão de contração de polimerização. O aumento em 38% do grau de conversão (de 39% para 54%), entre 15 e 120s de fotoativação, levou ao aumento na tensão de contração de 3,1 para 9,5MPa. Entre os tempos de 60 e 120s ocorreu aumento não significante no grau de conversão e na contração volumétrica. Os parâmetros cinéticos foram semelhantes para os 4 grupos. Significante redução da tensão foi verificada entre os materiais contendo 0,5% e 1,0% de BHT (aproximadamente 29%). Nenhuma diferença na tensão de contração foi encontrada entre os materiais com 0,05, 0,2 e 0,5% de BHT. Apesar de ser observada tendência de diminuição do grau de conversão quando a concentração de inibidor foi aumentada, nenhuma diferença significante foi observada. Também não foi observada nenhuma diferença estatisticamente significante na contração volumétrica dos compósitos contendo 0,2; 0,5 e 1,0% de inibidor. Assim, os resultados do estudo confirmaram a hipótese que a tensão de contração está relacionada com o grau de conversão e a taxa de conversão.

Em 2002, Lim et al. avaliaram a redução da tensão de contração de polimerização durante um processo de fotoativação de dois passos e a relacionaram com a contração de polimerização e com a espessura do espécime. Um compósito microparticulado (Heliomolar) e dois híbridos (Herculite e Z100) foram testados. Para o método de polimerização contínua de um passo, as amostras foram fotoativadas durante 60 segundos e 330mW/cm², a fotoativação de dois passos foi realizada com fotoativação inicial seguida de um tempo sem exposição a luz e então a exposição final. A combinação dos tempos de exposição e irradiância foram divididas da seguinte maneira: 1. 5 s - 60mW/cm² + 2min + 60s - 330mW/cm², 2. 5s - 100mW/cm² + 2min + 60s - 330mW/cm², 3. 5s -150mW/cm² + 2min + 60s - 330mW/cm², 4. 10s - 60mW/cm² + 2min + 60s - 330mW/cm^2 , 5. 5s - 60 mW/cm² + sem espera + 60 s - 330 mW/cm², 6. 2s -290mW/cm² + 5min + 60s – 330mW/cm². A tensão de contração de polimerização foi avaliada com a colocação de uma camada de resina entre dois discos com 5mm de diâmetro. A ponta do aparelho fotoativador foi guiada diretamente abaixo do disco inferior e as forças de contração foram registradas por 10 minutos. A força máxima foi dividida pela área transversal para calcular a média da tensão axial. A contração volumétrica dos compósitos durante o processo de polimerização foi medida usando dilatômetro de mercúrio monitorado por computador. O grau de conversão foi analisado com Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourier. Os resultados mostraram que a tensão de contração de polimerização foi significantemente reduzida pelo método de fotoativação de dois passos. Com redução de 29,7%; 26,5% e 19,0% para o Heliomolar, Herculite e Z100, respectivamente. A contração volumétrica e o grau de conversão não foram diferentes quanto ao tipo de fotoativação aplicada para nenhum dos compósitos. O aumento da espessura da amostra do compósito reduziu a tensão de contração de polimerização especialmente para um dos métodos de fotoativação de dois passos. Concluiu-se que a técnica de fotoativação em dois passos contribuiu para diminuição da tensão de contração de polimerização e que esse fator não pode

ser atribuído ao grau de conversão e à contração volumétrica dos materiais testados.

Em 2003, Feilzer & Dauvillier avaliaram a influência da proporção TEGDMA/Bis-GMA no desenvolvimento da tensão de contração de polimerização, no grau de conversão, e nas propriedades viscoelásticas durante a polimerização de compósitos experimentais de duas pastas. Compósitos com diferentes quantidades de TEGDMA (30, 50, 70% em massa) foram formulados e testados. Teste mecânico, Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier e dilatometria foram usados para determinar como a composição monomérica afeta as propriedades mecânicas e químicas do compósito durante a polimerização. Os resultados mostraram que a taxa de polimerização dos compósitos à base Bis-GMA/TEGDMA é indicativa do comportamento visco-elástico durante a polimerização: quanto maior a reatividade, maior a rigidez e o desenvolvimento da viscosidade. Compósitos com 50% em massa de TEGDMA demonstraram maiores valores de taxa de polimerização máxima. Maiores quantidades de TEGDMA na resina apenas elevaram discretamente a fase viscosa de pré-gel, enquanto que o compósito com menor conteúdo desse monômero apresentou baixa contração pós-gel e desenvolveu baixo tempo de relaxamento das tensões. Conseqüentemente, nesse caso, as tensões de contração foram baixas, melhorando a união do compósito às paredes da cavidade. Assim, para esses materiais, a alta contração pós-gel foi fator decisivo no desenvolvimento de elevada tensão de contração de polimerização.

Kuijs *et al.* (2003) compararam as tensões de contração geradas em diferentes técnicas restauradoras usadas para reconstrução de cúspides com compósito resinoso direto. Para isso, um modelo de elementos finitos tridimensional foi usado para simular o processo dinâmico da contração durante a polimerização. O modelo considerou os principais parâmetros tempo-dependentes da polimerização do compósito: a contração, módulo de Young, coeficiente de Poisson e o escoamento resultante. Duas técnicas restauradoras foram simuladas no modelo: técnica em incremento único (com um material quimicamente ativado e um fotoativado), e técnica incremental (apenas com o compósito fotoativado). Para a técnica incremental, diferentes següências de colocação das camadas foram aplicadas à cavidade: reconstrução da cavidade MOD seguida pela reconstrução da cúspide (restauração da parte central, seguida pela restauração da região periférica); reconstrução da cúspide e reconstrução da cavidade (primeiro a parte periférica e depois a região central); reconstrução centro-periferia modificada (reconstrução das bases das caixas proximais e das cúspides, seguidas pela reconstrução da região oclusal); e reconstrução periferia-centro adaptada (reconstrução da cúspide com um incremento vertical, seguido pela reconstrução da cúspide e da cavidade MOD). Em geral, as regiões com maior concentração de tensões resultante da contração de polimerização foram similares para todos os procedimentos restauradores. As maiores tensões de tração estavam localizadas na região cervical em esmalte. Altos valores de tensão de tração também foram visualizados na periferia das restaurações e na região 2mm acima do ângulo cavosuperficial da cúspide remanescente. Em dentina, aproximadamente 85% da tensão gerada estava abaixo de 2MPa; enquanto que em esmalte esse volume foi de 15%. Quando os procedimentos restauradores foram comparados, as tensões cisalhantes foram menores para os compósitos quimicamente ativados. Pôde-se concluir que quando a contração de polimerização foi considerada, o compósito quimicamente ativado mostrou menores tensões resultantes. As diferenças entre as várias técnicas incrementais testadas foram menores que esperado.

Watts *et al.* (2003) desenvolveram nova metodologia para avaliar a tensão de contração de polimerização em compósitos resinosos utilizando uma célula de carga suspensa; buscaram formular um protocolo claro, padronizado e clinicamente apropriado para determinar a tensão. Avaliaram também a cinética da tensão de contração de compósitos resinosos sob regime de irradiação convencional com fonte de luz halógena de quartzo de tungstênio. Um instrumento foi construído e montado verticalmente em um suporte, uma célula de carga

suspensa com capacidade de 500kg foi ajustada na terminação livre do dispositivo e fixada a um bastão de aco verticalmente e perpendicular ao eixo da célula de carga. Foi criada uma fenda entre os bastões de suporte com 10mm de diâmetro, onde o compósito foi polimerizado. Durante a polimerização as tensões geradas pelo material foram registradas a partir do movimento entre a terminação da célula de carga e a plataforma fixa. Duas diferentes espessuras de fenda, 0,8 e 1,2mm, foram criadas para testar guatro compósitos (Clearfil AP-X; Point4; P60 e Z250). Fonte de luz halógena foi utilizada para fotoativar os compósitos durante 40 segundos. A medição do deslocamento do sistema e da carga foi realizada por 30 minutos desde o início da fotoaticação. O sistema foi calibrado com tolerância de 6µm/MPa. Para os materiais examinados, os níveis resultantes de tensão máxima foram cerca de 5 – 8MPa. A tensão gerada com 1,2mm de espessura foi 11-15% maior que os níveis de tensão obtidos com 0,8mm. Isso pode ser mais explicado pela maior quantidade de material inserida na fenda de 1,2mm do que pela influência do fator C. Assim, o novo dispositivo testado foi considerado prático e confiável para a medição rápida e precisa da cinética de tensão de contração de polimerização de compósitos resinosos.

Em 2004, Versluis *et al.* calcularam a tensão de contração associada com a deformação do dente durante a polimerização. Diferentes configurações de cavidades em molares (classe I, classe II pequena (OM), classe II grande (OM) e classe II (MOD)) foram estudadas. A deformação conseqüente da contração de polimerização do compósito foi quantificada pela comparação das superfícies oclusais antes e após a confecção da restauração. Para calcular a tensão residual correspondente no dente, uma simulação de elementos finitos foi realizada com as mesmas características (geometria, limites da restauração, propriedades do material e procedimentos restauradores) do teste inicial. O padrão de deformação oclusal e a tensão residual do dente, restauração e da interface dente-restauração foram calculados usando o conceito de contração pós-gel do modelo de polimerização. Observou-se que as tensões de contração dependem da configuração e do tamanho das restaurações. A resistência do dente contra a contração de polimerização diminuiu com a maior perda de tecido dental. Restaurações grandes resultaram em níveis de tensão mais baixos na restauração e na interface dente-restauração, porém aumentou as tensões do dente. O modelo indicou que a obtenção da tensão de contração de polimerização não pode ser baseada apenas nas propriedades dos compósitos ou na configuração da cavidade, mas sim como um padrão que depende da localização e nas propriedades do dente e da restauração, geometria, confinamento e procedimentos restauradores. A deformação do dente foi indicativa da tensão gerada no dente pela contração de polimerização do compósito.

Atai et al. (2005) investigaram a tensão de contração de polimerização de diferentes monômeros comumente usados em compósitos odontológicos e o efeito da funcionalidade e do peso molecular do monômero sobre essa propriedade. Bis-GMA, TEGDMA, UDMA, MMA, HEMA, HPMA e misturas de 50%, 60%, 65%, 70%, 75%, 80%, 85% e 90% de Bis-GMA com o TEGDMA foram preparados e testados. A CQ (0,5% em massa) e o DMAEMA (0,5% em massa) foram adicionados aos monômeros puros e às misturas como iniciadores da reação de polimerização. Os compósitos comerciais Tetric, Tetric Ceram e Silux Plus também foram avaliados. A técnica do disco aderido foi usada para medir a contração das amostras durante a fotoativação (com 550mW/cm² por 60s). A contração foi medida continuamente e a tensão de polimerização das amostras foi avaliada por 500s após o início da irradiação. No caso dos monômeros monofuncionais a medição continuou por 600s. O grau de conversão dos sistemas monoméricos e dos compósitos foi medido usando a Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier. As taxas de tensão de contração aumentaram rapidamente para o valor máximo e caíram rapidamente seguindo a vitrificação. A força e a taxa de tensão inicial foram dependentes da funcionalidade, do peso molecular e viscosidade do monômero. As taxas de tensão estavam relacionadas com o Bis-GMA nas misturas Bis-GMA/TEGDMA

acima de 75-80%, devido ao seu alto peso molecular ter afetado a terminação das reações, e diminuído a propagação da reação devido à elevada viscosidade. Isso resultou na diminuição do grau de conversão e da taxa de tensão de contração em formulações com mais de 80% de Bis-GMA. Os monômeros mono-funcionais apresentaram as menores taxas de tensão. O UDMA (monômero de viscosidade média) teve a maior taxa de tensão de contração. Os autores concluíram que a taxa de tensão de contração dos monômeros bifuncionais seguiu o mesmo padrão, mostrando que a reação de polimerização desses monômeros apresentou auto-aceleração inicial e desaceleração final.

Braga et al. (2005) realizaram uma revisão sistemática para discutir vários fatores que podem influenciar o desenvolvimento da tensão de contração de polimerização dos compósitos odontológicos. Foram investigados artigos de pesquisa científica publicados em jornais de biomateriais, química e odontologia; e livros texto de química e materiais dentários foram consultados para conceitos básicos. A pesquisa revelou que a tensão de contração de polimerização dos compósitos é determinada pela contração volumétrica, propriedades viscoelásticas e configuração da cavidade. Outros fatores como a composição do material, seu grau de conversão e a cinética da reação também têm se mostrado influentes. Assim, a contração volumétrica não deve ser o único parâmetro a ser considerado para determinar o comportamento do compósito em relação ao desenvolvimento da tensão. Materiais com contração relativamente baixa devido ao alto conteúdo de carga inorgânica também podem apresentar alto módulo de elasticidade resultando no aumento da tensão. Métodos alternativos para fotoativação podem resultar em baixa taxa de polimerização, porém não necessariamente levam a redução da tensão de contração. Concluiu-se que o desenvolvimento da tensão de contração de polimerização deve ser considerado como fenômeno multifatorial. Algumas técnicas empregadas para reduzir esse problema têm aplicabilidade limitada, pois sua eficiência depende também dos materiais que estão sendo empregados.

Em outra revisão de literatura, Ferracane, em 2005, abordou a origem das tensões de contração de polimerização dos compósitos resinosos, com breve descrição dos métodos usados para medi-las. Aspectos que podem influenciar e estratégias para minimizar o desenvolvimento dessas tensões também foram discutidos. Tem sido mostrado que o processo de polimerização envolve aumento da quantidade de calor e causa redução volumétrica à medida que as ligações covalentes são criadas e as distâncias entre as moléculas e o volume livre são reduzidas. A contração gerada durante a polimerização ocorre quando o material adquire rigidez com o crescimento das cadeias poliméricas, e isso produz tensões no material. O método mais usado para medir a tensão de contração de polimerização tem sido por meio de transdutor uniaxial. Análise fotoelástica, método de elementos finitos, strain-gauge, e mais recentemente, o método do disco aderido, também são usados para medir as tensões de contração de polimerização. Não existem dados que relacionem a tensão de contração de polimerização e o sucesso clínico dos compósitos odontológicos, devido à natureza complexa desses fatores. Apesar disso, os trabalhos têm relatado inúmeros fatores que podem afetar o desenvolvimento da tensão de contração de polimerização. Esses fatores podem ser separados em fatores dependentes da formulação do material (conteúdo de carga, química e estrutura dos monômeros, interações entre a carga e a matriz orgânica, presença de aditivos) e fatores relacionados à polimerização do material (taxa de polimerização, concentração de catalisadores e inibidores, condições de confinamento, fator C, método de ativação e polimerização, técnica de inserção). A natureza visco-elástica do compósito resinoso, ou seja, a capacidade de liberar as tensões geradas deve ser considerada. Várias estratégias envolvendo modificações desses fatores têm sido desenvolvidas e estudadas com a finalidade de reduzir a tensão resultante da contração de polimerização. Novos materiais com tensão interna reduzida, resultante da baixa contração de polimerização estão sendo desenvolvidos e podem dominar o mercado antes do completo entendimento deste fenômeno.

llie et al. (2005) determinaram a influência de diferentes regimes de fotoativação (quatro unidades de luz LED – Freelight 1 e 2, E-light e Bluephase; duas lâmpadas de luz halógena – Astralis 10 e Swiss Master Light; e uma unidade de luz de plasma – Easy Cure) no comportamento de polimerização do compósito resinoso In Tem-S. O desenvolvimento da tensão de contração durante a polimerização do material foi investigado com analisador de tração-tensão que mediu continuamente a força de contração gerada pela fotoativação do compósito. Os espécimes foram colocados entre dois suportes a 4mm de distância e altura de 2mm (Fator C = 0,3). A fotoativação do material foi realizada com 14 regimes diferentes. As tensões de contração de polimerização máxima após 300s do início da polimerização, e o coeficiente de contração linear da força em função do tempo foram analisados. Os cinco regimes de fotoativação com luz LED E-light testados revelaram os menores valores de tensão de contração máxima, seguido pelo Freelight 1 com baixa intensidade e o Easy Cure. O Freelight 2 com alta intensidade exibiu tensão de contração significantemente maior comparada com o Freelight 1. Nenhuma diferença significante entre os modos de ativação padrão e exponencial foi encontrada entre os aparelhos. Nenhuma diferença foi encontrada entre o Freelight 2 e o programa pulsátil da luz halógena Astralis 10. Os maiores valores de tensão de contração de polimerização foram observados para as unidades com alta energia, tanto para a luz halógena quanto para o LED. Assim, a menor tensão de contração de polimerização foi observada para os LED de baixa intensidade, enquanto os aparelhos de plasma e os de luz halógena e LED com alta intensidade produziram tensões de duas a três vezes maiores.

Em 2005, Kleverlaan & Feilzer avaliaram a contração de polimerização, a tensão de contração, o módulo de tração, e a influência da viscosidade de 17 compósitos odontológicos disponíveis comercialmente. A contração volumétrica foi medida com um dilatômetro de mercúrio, aproximadamente 300mg de resina foi colocada na superfície plana com espessura de 1,5mm. A tensão de contração foi medida em máquina de ensaios (Instron) com tensiômetro acoplado. A pasta do compósito foi inserida entre duas superfícies planas, fotoativada por 20s. A partir do momento da fotoativação, o desenvolvimento da tensão de contração foi medido por 30min, enquanto a distância entre as superfícies planas era mantida constante. O módulo de tração foi calculado usando a seguinte fórmula: E=tensão/deformação, onde tensão é F/A, e deformação é o comprimento final menos inicial dividido pelo inicial. A tensão de contração e o módulo de tração de cada resina composta foram determinados a partir de seis mensurações. Houve significante aumento na contração e na tensão de contração de polimerização para todos os compósitos em todos os intervalos de tempo (5 vs. 15min., e 15 vs. 30min.). A contração dos compósitos com alta viscosidade variou de 2,00 a 3,42% em volume após 30 minutos. Para os compósitos fluidos a variação foi de 4,17 a 5,63% em volume. Considerando a tensão de contração, os valores encontrados para os compósitos de alta viscosidade foram de 8,4MPa a 23,5MPa. Para os compósitos de baixa viscosidade a tensão de contração de polimerização foi menor para a UltaSeal XT Plus (3,3MPa), porém a Aelite Flo e a Flow-it mostraram valores de tensão consideravelmente maiores (16,0 e 15,4MPa, respectivamente). O módulo de tração medido após 30min., variou entre 1,2GPa (Revolution Formula 2) e 3,8GPa (Filtek Z250). Este estudo mostrou que a composição do compósito determina a quantidade de contração, a tensão de contração e o módulo de tração. Além disso, o uso de partículas pré-polimerizadas pode melhorar as propriedades de tensão de contração, como mostrado na resina Heliomolar, enquanto que a alta taxa de polimerização e baixa viscosidade podem ter efeitos indesejáveis considerando essas propriedades.

Lu *et al.* em 2005, avaliaram o impacto de três protocolos de fotoativação (soft-start, pulsátil e padrão) no desenvolvimento da tensão e na conversão examinadas com uma nova técnica capaz de medir esses dois fatores em tempo real simultaneamente em um mesmo espécime. Um compósito experimental contendo 70% em massa de resina (Bis-GMA:TEGDMA – 70:30; CQ – 0,2%; EDAB – 0,8%) e 30% em massa de carga (nanopartículas OX-50) foi

avaliado. O tensiômetro foi usado para obtenção da tensão de contração de polimerização baseado na teoria da força de tração gerada pela contração da amostra quando uma barra em cantiléver se desloca. A tensão de contração foi obtida a partir da divisão da força de contração pela área transversal da amostra (6mm de diâmetro e 2,5mm de altura). O monitoramento em tempo real da cinética de polimerização foi realizado com Espectroscopia Infravermelha de Aproximação (NIR). Durante a mensuração dinâmica da evolução da tensão, o sinal do NIR foi transmitido por cabos de fibra óptica através do espécime montado no tensiômetro. Lâmpada de luz halógena foi usada para os diferentes modos de fotoativação. Os protocolos de fotoativação investigados foram: irradiação padrão com 450mW/cm² por 60s; *soft-start* com 100mW/cm² nos primeiros 5s, seguido por mais 60s de fotoativação com 450mW/cm²; e irradiação pulsátil iniciando com 100mW/cm² por 5s, um intervalo de 2min., e posterior irradiação por mais 60s com 450mW/cm². Segundo os resultados obtidos, as curvas de conversão em função do tempo mostraram que com os três protocolos de fotoativação a polimerização ocorre rapidamente, e os espécimes ativados pelo método padrão mostraram os maiores valores de conversão final (67,5±2,4%). Os espécimes fotoativados com o método soft-start obtiveram média de conversão final de 61,9±0,4%, quando o método pulsátil foi usado a média de conversão final foi de 60,4±0,7%; entre esses dois métodos não houve diferença estatisticamente significante. Os valores de tensão de contração obtidos com a fotoativação padrão, soft-start e pulsátil foram 2,18±0,04MPa; 1,87±0,03MPa e 1,77±0,08MPa, respectivamente. Comparando a tensão de contração final dos espécimes do método padrão com a dos métodos soft-start e pulsátil, os valores diminuíram significantemente 14% e 19% respectivamente. Assim, foi demonstrado que a diminuição da tensão de contração de polimerização observada quando os métodos soft-start e pulsátil foram usados, ocorreu devido à diminuição da conversão do compósito.

Stansbury *et al.* (2005) estudaram a correlação entre a conversão de cadeias poliméricas e as propriedades de tensão de contração de polimerização.

As relações entre as propriedades de desenvolvimento dos polímeros, a evolução física da estrutura da cadeia, e a cinética do processo da reação de polimerização também foram consideradas. Aspectos a respeito da composição dos monômeros e do processo de polimerização foram abordados. As pesquisas têm mostrado que as duas técnicas mais amplamente usadas para medir a quantidade de polimerização em compósitos odontológicos são a aferição da dureza na superfície e a análise química direta da conversão por meio de Espectroscopia Infravermelha. A dureza da superfície do compósito tem sido relacionada com o grau de conversão, mas os resultados variam de acordo com as condições do teste. Tanto a contração de polimerização quanto o seu modo de evolução depende da conversão dos monômeros. A tensão de contração de polimerização tem se mostrado diretamente proporcional ao produto da contração e do módulo de polimerização durante o processo polimerização. As tensões desenvolvidas podem ser afetadas pela geometria do espécime, a configuração das superfícies aderidas e a complacência do substrato. Estudos dinâmicos que avaliam o desenvolvimento das tensões de contração, permitindo 0 simultâneo monitoramento da conversão durante técnicas de polimerização têm sido realizados. Recursos para minimizar a contração e/ou tensão de contração de polimerização podem ser divididos em duas áreas: alterações na estrutura ou química dos monômeros, e alterações nas partículas ou uso de aditivos. Além disso, resultados de pesquisas têm mostrado que protocolos de fotoativação modificados como irradiação em passos ou pulsátil têm o potencial limitado para reduzir a tensão desenvolvida nos compósitos se níveis semelhantes de conversão forem atingidos usando o protocolo padrão. O desenvolvimento de novas e melhoradas técnicas analíticas para avaliar a conversão caracterizando a tensão de contração de polimerização pode permitir avaliações mais precisas dos efeitos dos diferentes modos de ativação. Novos materiais restauradores têm sido desenvolvidos para promover significante redução da contração e tensão de contração de polimerização e que pode ainda ser favorecida pela melhoria dos métodos usados para o teste dessas propriedades.

Em 2006, Kahler et al. desenvolveram um modelo analítico padrão simplificado para a tensão de contração de polimerização e investigaram os efeitos das propriedades dos materiais restauradores, do tamanho da restauração e da contração volumétrica na magnitude da tensão de contração na interface dente-restauração. O cálculo das tensões de contração em restaurações foi realizado com método de elementos finitos. Um modelo analítico de restaurações de classe I e II foi desenvolvido considerando que a geometria do modelo era assimétrica, todos os materiais apresentavam elasticidade linear e que a polimerização da restauração resultaria em contração volumétrica uniforme. Nenhuma tensão residual estava relacionada com falhas de natureza do dente ou com a adesão. A aplicação das condições de compatibilidade levou ao desenvolvimento de cinco equações algébricas lineares para cinco variáveis desconhecidas, que puderam ser facilmente resolvidas usando técnicas padrões. Uma equação explícita para a tensão de tração na interface foi obtida. Foi mostrado que o maior módulo de Young, coeficiente de Poisson e contração volumétrica do material restaurador normalmente levam ao desenvolvimento de maiores tensões de tração, aumentando o risco de falha na união. Foi concluído que o modelo permitiu a comparação de diferentes materiais restauradores adesivos com relação ao risco de fratura na interface induzido pelo desenvolvimento de tensões de contração de polimerização na interface dentinarestauração.

Latorre-García *et al.* (2006) avaliaram a taxa de contração e a tensão de contração de polimerização de um novo compômero em comparação com compômeros e resinas fluidas comerciais. Os compômeros comerciais Dyract AP, Compoglass F e Compoglass Flow, F2000, e Filtek Flow foram estudados. A confecção do compômero experimental foi realizada em três etapas: mistura dos monômeros e fotoiniciadores e inibidores, preparo das partículas de vidro de fluoraluminosilicato a partir do método de sinterização e mistura das fases, orgânica e inorgânica, até obtenção de uma pasta homogênea. A taxa de

contração e a tensão de contração foram calculadas a partir da deflexão do material, que foi monitorada por 600s, usando o método da união ao disco. A tensão de contração total dos compômeros avaliados variou de 2,59 a 3,34%, enquanto o compósito apresentou valor de 3,50%. A taxa de contração para os compômeros variou entre 81,60 e 109,80µm e a obtida para a resina fluida foi 141,60µm. De maneira geral, os compômeros comerciais apresentaram menor taxa de contração que a resina composta. O compômero experimental mostrou-se estatisticamente diferente apenas do Dyract AP. Concluiu-se que os valores de tensão de contração e taxa de contração foram satisfatórios tanto para os compômeros quanto para os compósitos resinosos fluidos. As taxas de contração para todos os compômeros foram diretamente relacionadas com as taxas de polimerização. Além disso, pode-se afirmar que a taxa de contração está diretamente relacionada à tensão de contração.

Charton et al. (2007) investigaram a influência de sistemas monoméricos experimentais à base de Bis-GMA e UDMA no desenvolvimento da tensão de contração usando caracterização da mobilidade molecular. Sete formulações experimentais foram preparadas utilizando os monômeros dimetacrilatos Bis-GMA (B) e UEDMA (U) como bases e o TEGDMA (T) como diluente. Três matrizes eram compostas pelos monômeros puros, duas com a mistura BisGMA/TEGDMA (50/50 e 70/30, % em massa) e duas com UEDMA/TEGDMA (88,5/11,5 e 66,5/33,5, % em massa). Como iniciadores, foram acrescentados 0,2% em massa de canforoquinona e de cianoetilaminoanilina. Os valores da temperatura de transição vítrea (T_q) dos monômeros e co-monômeros foram determinados por calorimetria diferencial. A avaliação da tensão de contração de polimerização foi realizada colocando-se 150mg de resina entre dois bastões de polimetilacrilato, com o bastão superior conectado à célula de carga acoplada à máquina de ensaios universal. As amostras foram fotoativadas com lâmpada de luz halógena por 80s com 1.200mW/cm². A força de contração gerada pela polimerização da matriz foi continuamente medida e registrada em intervalos

de 0,1s por 600s a partir do início da fotoativação. Todas as formulações exibiram comportamento reológico newtoniano. A T_g de cada grupo mostrou valores estatisticamente equivalentes. Porém, existiu correlação entre a viscosidade e a T_g . Em ordem decrescente, a tensão de contração foi 14,11±0,3MPa (T); 10,64±0,6MPa (U-T_{66/33}); 8,16±0,25MPa (B-T_{50/50}); 8,04±0,5MPa (U-T_{88/11}); 6,83±0,52 (U); 4,44±0,25 (B-T_{70/30}) e 0,33±0,3 (B). Em geral, o material com menor viscosidade e T_g apresentou maior tensão de contração final. Assim, o desenvolvimento da tensão de contração aumenta com a mobilidade molecular do meio reagente. Para a mesma mobilidade molecular, as maiores diferenças nos valores de tensão das matrizes estudadas estão correlacionadas com a estrutura e particularmente com a funcionalidade dos monômeros usados.

Eick et al. (2007) avaliaram propriedades de uma resina à base de silorano (Sil-Mix) e de um compósito contendo monômero de baixa tensão (TOSU) comparadas a uma resina convencional à base de metacrilato (Bis-GMA/TEGDMA) e ao compósito Filtek Z250. Os iniciadores usados nas matrizes resinosas foram o fenil-iodônio (PI), a canforoquinona (CQ) e o etildimetilaminobenzoato (EDMAB), nas proporções de 3/1/0,1% em massa respectivamente. Misturas resinosas (aproximadamente 3g) foram formuladas contendo 0; 10,2 ou 25,5% em massa do TOSU no Sil-Mix e 4,1% em massa do sistema fotoiniciador. O compósito foi preparado contendo 0; 1; ou 5% em massa de TOSU, 74% de carga, e 2% em massa do sistema fotoiniciador com as mesmas proporções usadas nas matrizes resinosas. A tensão de contração de polimerização foi medida usando máquina de testes mecânicos eletromagnética adaptada para atuar como tensiômetro. Dois cilindros de vidro foram posicionados a essa máquina separados 1mm (Fator C = 2,5) e opostos um ao outro. A amostra de resina foi irradiada entre os dois cilindros com aproximadamente 400mW/cm². A força de deslocamento foi obtida durante 30 minutos. A força máxima foi obtida e normalizada pela área original para a obtenção da tensão de contração de polimerização. A alteração de volume foi obtida usando dilatômetro de mercúrio

NIST. O teste de flexão 3 pontos foi usado para determinar o módulo de elasticidade, trabalho de fratura e a resistência máxima dos materiais de acordo com as normas da ADA 27 e ISO 4049. A tenacidade à fratura foi medida com base na norma E399-90 da ASTM. Os valores de tensão de contração de polimerização para as resinas contendo TOSU foram significantemente menores do que os dos outros materiais. Os valores de contração de polimerização para as formulações de Sil-Mix foram significantemente menores do que as formulações à base de Bis-GMA/TEGDMA. Porém. não foram encontradas variações significantes quando as formulações de Sil-Mix foram comparadas entre si. Resinas contendo TOSU apresentaram valores de propriedades mecânicas mais baixos do que os valores de Sil-Mix ou Bis-GMA/TEGDMA. Considerando a tensão de contração de polimerização, os compósitos à base de Sil-Mix apresentaram menores valores quando comparados ao Z250. O compósito com 1% em massa de TOSU apresentou menores valores de tensão. Nenhuma diferença entre os grupos de compósitos foi encontrada para a tenacidade à fratura e o trabalho de fratura. Para a resistência máxima, a formulação com 5% de TOSU diferiu significantemente da Z250. Todas as formulações do Sil-Mix apresentaram módulo de elasticidade diferente da Z250. Assim, a habilidade do TOSU em reduzir a tensão de contração de polimerização sem reduzir proporcionalmente as propriedades mecânicas forneceu uma base para o melhor desenvolvimento de compósitos à base de silorano.

Fleming *et al.* (2007) estudaram a tensão de contração de polimerização, associada ao movimento das cúspides, grau de conversão e a micro-infiltração cervical de cavidades MOD restauradas com quatro compósitos resinosos (Z100, Z250, P60 e Admira), fotoativados com uma unidade de luz LED. Preparos de cavidades MOD com dimensões padronizadas (profundidade de 3,5mm a partir da cúspide palatina e 1mm acima da junção cemento-esmalte nas caixas proximais) foram realizados em pré-molares. Os dentes foram separados em 4 grupos e restaurados conforme a indicação dos fabricantes para cada

material. Os compósitos foram fotoativados com 900±49mW/cm² por 10s (grupos A-C) e 20s (grupo D). Após o preparo dos espécimes, a deflexão das cúspides lingual e palatina foi registrada em cada estágio da polimerização usando um extensômetro que mede a deflexão com terminal gêmeo. Posteriormente, os dentes foram termociclados e imersos em corante básico de fuccina 0,2% por 24 horas, seccionados e examinados para a verificação de micro-infiltração cervical. O grau de conversão foi determinado usando a Espectroscopia Infravermelha Transformada de Fourrier. Segundo os resultados, nenhuma diferença significante no movimento das cúspides foi encontrada entre a Z100 (13,1±3,2µm), a Z250 (8,4±3,5µm), P60 (7,3±3,8µm) e Admira (6,7±2,7µm). Nenhuma diferença significante foi notada entre os quatro materiais quando o grau de conversão e a micro-infiltração foram investigados. A ativação dos compósitos usando unidade de luz LED ofereceu significante redução do movimento das cúspides quando comparado à fotoativação com unidade de luz halógena. Entretanto, quando a micro-infiltração cervical foi investigada a penetração do corante na da câmara pulpar foi evidente em todos os grupos quando os materiais foram fotoativados com LED.

llie *et al.* (2007) examinaram o comportamento de compósitos à base de silorano em relação ao desenvolvimento de tensão de contração durante a polimerização. O compósito experimental (Hermes) foi usado para a avaliação do desenvolvimento tensão de contração durante a polimerização realizada com 10 regimes de fotoativação de duas unidades fotoativadoras de luz LED (Bluephase com a ponta Turbo ou com a ponta MiniLED). A tensão de contração de polimerização, o tempo até o ponto gel e o coeficiente de aproximação linear da tensão de contrações em função do tempo foram determinados por meio de analisador tensão-tração. Os espécimes foram colocados entre dois suportes com distância de 4mm e altura de 2mm, resultando em fator C de 0,3. A fotoativação com a ponta MiniLED foi realizada com os regimes de ativação rápida (durante 10, 20 e 40s), ativação em pulso (durante 12, 24 e 48s) e ativação em etapas (durante

20s); enquanto que a fotoavivação com a ponta Turbo foi realizada com o regime de fotoativação com alta intensidade de energia (durante 10, 20 e 40s). A tensão de contração devido à polimerização foi medida e registrada por 300s após a fotoativação. As tensões de contração variaram de 1,4MPa para o regime de fotoativação em pulso durante 10 s, a 4,4MPa após a ativação durante 40s com alta intensidade de energia. As unidades fotoativadoras mostraram correlação significante com as tensões geradas no que diz respeito à densidade de energia. A irradiância, o tempo de exposição, o coeficiente de contração linear e o ponto gel também apresentaram relação significante com as tensões à base de silorano apresentaram baixos valores de tensão de contração de polimerização em comparação com aqueles à base de metacrilatos. Altos valores de irradiância resultaram em maiores taxas de tensão de contração.

Lee et al. (2007) investigaram os efeitos do comportamento do teste e a geometria do espécime nas medidas de tensão contração de polimerização dos compósitos Z100, Filtek Fow e P60. Foi confeccionado um analisador de tensão com transformador de variação linear (LVDT) e três células de carga com diferentes complacências posicionadas em cantiléver (20, 100 e 500kgf). Dois bastões de vidro foram fixados e alinhados verticalmente com uma fenda entre eles (0,5mm ou 1,2mm) e acoplados ao aparelho para análise de tensão. Cada célula de carga foi fixada ao analisador de tensão, a pasta do compósito foi inserida entre as superfícies planas dos dois bastões e fotoativada com a ponta do aparelho distante 1mm do espécime, por 40s. O deslocamento da célula de carga foi monitorado por 600s a partir do início da fotoativação. A tensão de contração de polimerização foi calculada a partir da deflexão da carga dividida pela área da superfície do bastão de vidro e a resistência da célula de carga. Dez pré-molares foram preparados com cavidades MOD com dois tamanhos diferentes (largura vestíbulo-lingual x profundidade: 1,5mm x 2mm ou 3mm x 2mm) e a resistência e a deflexão das cúspides foram medidas antes e durante a polimerização do

compósito. As medidas de tensão diminuíram na ordem de Filtek Flow > Z100 > P60 para todas as condições avaliadas. Quando a espessura do espécime aumentou, a tensão de contração diminuiu. O valor da tensão diminuiu quando a resistência do sistema aumentou. A resistência das cúspides (3,32µm/N) nas cavidades com 3mm x 2mm foi semelhante à encontrada quando a célula de carga de 20kgf foi usada (3,34µm/N). Concluiu-se que alterações na resistência do instrumento usado no teste e a espessura do espécime podem afetar o nível de tensão de contração de polimerização medido nos compósitos odontológicos.

Visvanathan et al. (2007) determinaram a influência de diferentes unidades fotoativadoras e regimes de fotoativação na tensão de contração de polimerização e nas propriedades mecânicas de um compósito nano-híbrido (Tetric EvoCeram). A força da contração de polimerização foi medida por 300s após a fotoativação do compósito, com analisador de tensão-tração. A configuração usada no experimento foi ajustada para simular uma cavidade com 4mm x 4mm x 2mm (Fator C = 0.33). Os aparelhos fotoativadores Astralis 10, Bluephase e MiniL.E.D com tempos de exposição de 10, 20 e 40s foram usados. Para o MiniL.E.D, três modos de fotoativação foram testados: alta intensidade, pulso ou exponencial. Imediatamente após a medida da tensão de contração de polimerização, as propriedades mecânicas de dureza e módulo de elasticidade foram medidas com micro-identador automático (Fischercope H100C) no topo e na base dos espécimes. Segundo os resultados, diferenças significantes na tensão de contração de polimerização durante 10, 20 e 40s usando o Astralis 10 foram encontradas. O MiniL.E.D registrou baixos valores de tensão. As propriedades mecânicas apresentaram altos valores após a ativação do compósito com o Astralis 10 para os três tempos testados e com o Bluephase para o tempo de 40s; e baixos valores quando o MiniL.E.D e o Bluephase foram usados nos tempos de 20 e 10s. O modo de ativação exponencial do MiniL.E.D prolongou o ponto gel. Assim, aparelhos fotoativadores com alta intensidade foram capazes de produzir

elevada dureza e alta contração, tornando importante o balanço dos dois efeitos para a escolha apropriada do tempo de ativação.

Witzel et al. (2007) avaliaram a influência das dimensões do espécime na tensão de contração de polimerização em sistemas de teste. Um compósito quimicamente ativado (Bisfill 2B) foi manipulado conforme indicação do fabricante e inserido entre duas superfícies planas de dois bastões de vidro (2, 4 ou 6mm de diâmetro) adaptados à máquina de ensaios universal. A distância entre as duas superfícies definia a altura do espécime (0,5; 1,0; 2,0 ou 4,0mm). O fator C e o volume de material foram calculados para cada combinação diâmetro-altura. Um extensômetro foi usado para manter a mesma altura do espécime durante o teste. A força máxima após 30min de polimerização foi dividida pela área transversal do espécime para obter o valor da tensão. Equações matemáticas foram empregadas para estimar o correto valor de tensão de contração de polimerização que seria obtida em sistemas rígidos ideais. Para visualizar a distribuição de tensões, cada configuração do espécime foi modelada por meio uma análise por elementos finitos, usando os softwares MSC PATRAN e MSC Marc. Modelos axisimétricos 2D foram criados assumindo a condição de complacência zero, com a intenção de simular modelos totalmente rígidos. O compósito foi caracterizado com módulo de elasticidade de 8,1GPa e coeficiente de Poisson de 0,3. A análise estatística indicou interação significante entre o diâmetro e a altura dos espécimes. Em geral, maiores valores de tensão foram obtidos nos espécimes com maiores diâmetros e menores alturas. A distribuição de tensões observada pela análise por elementos finitos não foi uniforme. Sendo que a tensão era intensificada próximo da periferia que simulava a interface entre o compósito e o substrato. Áreas maiores de tensão máxima foram observadas em espécimes altamente confinados, ou seja, com grande diâmetro e baixa altura. Concluiu-se que as dimensões dos espécimes influenciaram nos resultados do teste. Os valores de tensão aumentaram com o confinamento do espécime, provavelmente devido à concentração de tensões adjacente à interface de união.

Em 2008, Petrovic & Atanackovic desenvolveram um novo modelo de difusão fracionada que permite o cálculo da tensão gerada pela contração de polimerização de compósitos resinosos. Baseados nas evidências de que a reação de polimerização pode ter difusão controlada, os autores consideraram que a taxa de tensão depende da reação de polimerização. No modelo proposto, a tensão de contração de polimerização é modelada por uma equação linear diferenciada que pode ser solucionada numericamente. Equações que denotam propriedades como coeficiente de difusão e impulso foram usadas. Essas propriedades foram importantes para o cálculo, pois compósitos odontológicos são tratados com impulsos de luz durante o procedimento de fotoativação. Outras equações foram usadas para obter a taxa de polimerização e assumindo que a taxa de tensão depende da taxa de polimerização, foi obtida uma relação matemática entre esses dois fatores. Além disso, outras propriedades relacionadas com os compósitos resinosos como viscoelasticidade, módulo de elasticidade foram consideradas, uma vez que esses fatores também podem influenciar o estado de tensão que é gerado. Assim, como a contração é consegüência da reação de polimerização, e esta pode ter sua difusão controlada, foi postulado que a taxa de tensão de contração é descrita por uma equação de difusão. Uma solução para determinar a tensão dos monômeros resinosos foi As tensões geradas no polímero devido à contração também encontrada. puderam ser determinadas por meio de equações lineares de viscoelasticidade. O tempo de evolução das tensões indica que a tensão máxima é desenvolvida no início do processo de polimerização. Os autores concluíram que a partir desse modelo desenvolvido, a tensão em compósitos pode ser determinada. A principal conclusão foi que o valor máximo da tensão ocorre no início da polimerização do compósito, o que confirma a validade do protocolo de fotoativação que permite o alívio das tensões no início da polimerização.

Li *et al.* (2008) estudaram uma solução matemática para a tensão residual gerada em um modelo simplificado de restaurações de classe I durante o

processo de polimerização de um compósito resinoso. Duas secções horizontais em um modelo de terceiro molar com restauração de classe I foram selecionadas para análise. A secção I foi realizada no topo da superfície oclusal circundada apenas por esmalte e a secção II na região mais profunda da restauração contendo dentina e esmalte. Para determinar o modelo visco-elástico para o compósito assumiu-se que a tensão total é a soma da tensão de contração, da tensão elástica e da tensão de cisalhamento. A tensão elástica pode ser expressa de acordo com a lei de Hooke. A tensão cisalhante foi determinada usando uma fórmula para o modelo de cisalhamento linear, em estado complexo de tensões os componentes da tensão de cisalhamento são dados de acordo com a regra de fluidez do tipo Mises para um material isotrópico. As secções I e II foram submetidas a diferentes estados de tensão, a tensão plana e deformação plana respectivamente. O modelo visco-elástico foi comparando a uma análise de elementos finitos. Posteriormente as tensões residuais foram calculadas com a solução analítica para restaurações com diferentes dimensões. A primeira modificando o raio da restauração mantendo os diâmetros de dentina e esmalte fixos; e a segunda envolvendo a alteração apenas do raio de esmalte. A solução analítica encontrada para a tensão de contração proposta neste estudo concorda com os resultados numéricos dados pela análise de elementos finitos. Os resultados das tensões residuais na região mais profunda da restauração foram maiores do que na região oclusal. Isso ocorre porque o material colocado no fundo da cavidade está sujeito à tensão equi-triaxial que limita o seu relaxamento. O fator mais importante no desenvolvimento da tensão de contração é a contração do material, seguido pelo módulo de Young. A viscosidade e a taxa de polimerização afetam apenas a tensão residual na superfície. Já o tamanho da restauração teve pequena influência sobre o desenvolvimento de tensão residual. Os resultados indicaram que o aumento da espessura de esmalte elevou a tensão na restauração que não estava localizado na superfície oclusal onde pode haver a liberação dessas tensões. Desta forma, este modelo permitiu a avaliação da influência de parâmetros geométricos e de composição dos materiais no desenvolvimento das tensões de contração de polimerização.

Calheiros et al. (2008) avaliaram o grau de conversão, a taxa de polimerização máxima e a tensão de contração de polimerização de um compósito resinoso experimental sob diferentes níveis de energia. O compósito possuía composição de 36,7% de Bis-GMA e 63,3% de TEG-DMA, em frações de molar, canforoquinona (fotoiniciador), 2-dimetillamino etil metacrilato (co-iniciador) e hidroxi butil tolueno (inibidor) na concentração de 0,5% em peso, cada; 5% em peso de partículas de sílica com 0,04µm e 70% em peso de partículas de vidro de bário com tamanho de 2µm. O grau de conversão e a taxa de polimerização máxima foram avaliados por meio de Espectrometria Infravermelha Transformada de Fourier no topo e na base dos espécimes. A tensão de contração de polimerização, foi monitorada durante 10 minutos após a polimerização de um incremento de resina com 2mm de espessura entre dois bastões de vidro acoplados à máguina de ensaio universal. Para todos os testes foram usadas diferentes doses de energia (3, 6, 12, 24 ou 48J/cm²) com irradiância constante de 500mw/cm². Observou-se que o grau de conversão foi maior com o aumento dos níveis de energia para todos os grupos, exceto entre 24 e 48J/cm² no topo dos espécimes, onde não houve diferença estatisticamente significante. A taxa de polimerização máxima não variou com o aumento da dose de energia, porém para todas as doses de energia, a taxa de polimerização máxima foi maior no topo que na base. A tensão de contração de polimerização também foi maior à medida que a dose de energia foi aumentada, porém não foi possível avaliá-la com 48J/cm² devido à falha de união entre o vidro e a resina. Os autores concluíram que o aumento da dose de energia levou ao significante aumento no grau de conversão e na tensão de contração de polimerização, porém não influenciou a taxa de polimerização máxima.

Ainda em 2008, Gonçalves *et al.* avaliaram o efeito do conteúdo monomérico na tensão de contração, grau de conversão, contração volumétrica,

módulo de elasticidade e taxa de polimerização máxima de compósitos experimentais. Nove formulações foram preparadas contendo 33, 50 ou 60% em mol de Bis-GMA associado com o TEGDMA, o Bis-EMA, ou com os dois monômeros em guantidades iguais. Os sistemas iniciadores (canforoguinona e amina) e o inibidor (BHT) foram adicionados na concentração de 0,5% em massa, cada um. A sílica silanizada (40% em massa) foi adicionada à matriz orgânica. O incremento do compósito foi inserido entre dois bastões de acrílico com 3mm de diâmetro e distanciados em 1mm fixados numa máquina de ensaios universal. A tensão de contração foi medida com tensômetro acoplado ao sistema, durante 10 minutos desde o início da fotoativação com dose de energia de 16J/cm² (420mW/cm² por 38s). A taxa de tensão máxima foi calculada como a relação entre a força máxima de contração e a área do bastão. A contração volumétrica foi medida 10 minutos após a ativação com dilatômetro de mercúrio. O módulo de elasticidade foi calculado a partir do teste de flexão de 3 pontos. O grau de conversão foi obtido a partir de Espectroscopia Raman Transformada de Fourrier e a taxa de reação foi determinada em tempo real por meio da varredura calorimétrica. Os compósitos com baixo conteúdo de Bis-GMA e aqueles contendo TEGDMA mostraram maiores valores de tensão, contração, conversão e módulo de elasticidade. A taxa de polimerização não sofreu variação significante entre os compósitos, exceto para o compósito com 66% de TEGDMA que apresentou menor valor comparado aos outros compósitos. Análise de regressão linear mostrou que a tensão de contração está fortemente relacionada ao grau de conversão e à contração de polimerização. Assim o estudo sugeriu que em compósitos com baixo conteúdo de partículas inorgânicas, a composição da matriz resinosa pode exercer grande influência sobre a tensão da contração de polimerização, a contração de polimerização e o módulo de elasticidade.

Watts & Satterthwaite (2008) investigaram o efeito da variação do tamanho e forma do espécime no desenvolvimento da tensão de contração em um compósito resinoso odontológico RZD103. A superfície inferior de um cilindro de

aço e a superior de uma lâmina de vidro formaram as superfícies da "câmara" para o espécime. Para avaliar o efeito da variação do diâmetro do espécime sobre a tensão de contração, a espessura determinada para o espécime foi de 0,8mm e os diâmetros variaram de 1 a 10mm (com aumentos de 1mm). Para medir o efeito da espessura do espécime, o diâmetro do cilindro foi fixado em 10mm e a altura dos espécimes variou de 0,05mm a 1,50mm. O instrumento Bioman foi usado para medir a tensão. O fator C de cada combinação entre espessura e diâmetro foi calculado, variando de 0,6 a 100. A tensão de contração foi registrada por uma hora a partir do início da fotoativação que foi realizada durante 40s com 600mW/cm². Observou-se que com aumento do fator C de 0,6 para 6,0, houve decréscimo exponencial na tensão de contração de 45 para 8MPa. Considerando a variação da espessura, com o aumento do fator C de 3 para 100, ocorreu aumento da tensão de contração de 1 para 8MPa. Pôde-se concluir que o fator C influencia a tensão de contração uniaxial, de maneira que a relação das dimensões do espécime com a tensão de contração pode depender não apenas do Fator C, mas também de como é criado.

2.4. Análise fotoelástica

Kinomoto & Torii (1998) utilizaram a análise fotoelástica para determinar a distribuição e magnitude de tensões internas resultantes da contração de polimerização em restaurações de resina composta. O material fotoelástico utilizado para o teste foi o compósito resinoso fotoativado Palfique Clear. Cavidades de 5,0 x 2,0mm, e 2,0mm de profundidade foram preparadas na vestibular de dentes bovinos, numa região previamente desgastada e com dentina exposta, e em moldes confeccionados com resina composta para dentes posteriores. A resina fotoelástica foi inserida na cavidade previamente tratada com ácido fosfórico e o adesivo Clearfil Photobond, e fotoativada por 80 segundos. Após 30 minutos de imersão em água a 37°C, foi realizada uma secção perpendicular ao eixo longitudinal do espécime fotoelástico com 2mm de espessura. As franjas isoclínicas e isocromáticas foram obtidas a partir da observação com luz polarizada transmitida e refletiva respectivamente sob microscópio polarizado, e imagens coloridas e em preto e branco foram gravadas. As principais tensões das restaurações foram avaliadas por meio do método de interação gráfica. Para determinar valores numéricos da diferença entre as principais tensões que são definidas a partir do padrão de cores da franja, o método de escala de cores foi usado. Além disso, a integridade da união ao longo da parede da cavidade foi avaliada a partir da evidenciação com corante e visualizada em microscópio óptico. As tensões internas nas restaurações de dentes bovinos não puderam ser observadas devido à formação de fendas ao longo de toda a parede de dentina que agiram como fator de alívio de tensões. Já nos preparos de resina não foram observadas fendas ao longo das paredes. Como o escoamento do compósito resinoso estava bem limitado, o valor máximo de tensão calculado foi de 23MPa. O nível de tensão próximo ao ângulo interno da cavidade foi maior que o encontrado próximo à margem cavo-superficial. A distribuição de tensões da restauração de resina composta foi considerada desfavorável para a união com a dentina profunda, desta forma deve-se tentar controlar a tensão de contração de polimerização com manobras clínicas visando a minimizar os efeitos destas tensões geradas.

Ernst *et al.* (2000) examinaram o efeito do método de polimerização de dois passos na tensão de contração de compósitos resinosos usando a análise fotoelástica. Perfurações de 5mm de diâmetro foram realizadas em bases de resina acrílica convencional com 3mm de espessura. As superfícies internas das perfurações foram preparadas com jateamento com o sistema Rocatec, seguido da aplicação de silano e de um agente adesivo. As resinas Pertac II, Tetric Ceram, Charisma F, Solitaire, Dyract AP e Define foram inseridas no preparo em incremento único e fotoativada com dois diferentes modos de operação. Para o método de fotoativação padrão, a resina foi fotoativada por 40s com 700mW/cm². No método de dois passos (*soft-start*), a ativação iniciou com 150mW/cm² por 10s

e aumentou para 700mW/cm² por mais 30s. Imediatamente após a fotoativação os espécimes foram posicionados em um polarímetro circular para a análise das tensões geradas. As imagens obtidas para a investigação fotoelástica foram transferidas para um computador e transformadas em "imagens de cor falsa", onde a tensão no acrílico é vista na cor vermelha. Para avaliação da tensão produzida no acrílico, um software especialmente desenvolvido para avaliação (Matrox Inspector) foi usado para quantificar a porcentagem do número de pixels em cada imagem. Como a separação de cores não foi significante e a rotação do vetor de polarização causada pela tensão na resina acrílica foi menor que $\lambda/4$, a intensidade de cada pixel foi considerada diretamente proporcional à força de Diferente dos materiais fotoelásticos tensão. convencionais, OS anéis isocromáticos na resina acrílica não são visíveis, porque ela apresenta maior módulo de elasticidade que o material fotoelástico. Por isso, não foi possível transformar a porcentagem obtida em valores de tensão em MPa. Para a resina Pertac II a porcentagem de pixels encontrada foi de 21,0% e 17,6% para os métodos de fotoativação padrão e de dois passos, respectivamente. As porcentagens encontradas para a Tetric Ceram foram 18,6% com o modo padrão e 15,9% com o método de dois passos. Para as resinas Solitaire, Dyract AP e Definite a redução da tensão de contração de polimerização foi de 8,1%, 6,5% e 4,7%, respectivamente. Para a maioria dos grupos, houve diferença significante entre os métodos de fotoativação. Em conclusão, o modo de polimerização de dois passos (soft-start) foi capaz de reduzir significantemente a tensão de contração de polimerização na maioria dos materiais testados.

Kinomoto *et al.* (2000) investigaram as características de tensão de contração associadas à contração de polimerização pela visualização das tensões com o método de fotoelasticidade. Preparos para restaurações classe I (2,0mm x 5,0mm x 2,0mm) foram preparados em 3 tipos de substratos (dentina bovina, compósito resinoso posterior e uma resina transparente) e a tensão de contração de polimerização foi analisada nas paredes dos preparos. Três tipos de materiais
resinosos foram usados como materiais restauradores: um compósito para restaurações posteriores (Clearfil PhotoPosterior), um compósito transparente auto-polimerizável (Palfique clear) e um compósito transparente foto-polimerizável (Quick Light). As paredes dos preparos foram condicionadas, o sistema adesivo indicado para cada substrato aplicado e a cavidade preenchida com o compósito em incremento único. Após a polimerização, os espécimes foram seccionados perpendicularmente ao longo eixo dos preparos, para a obtenção de fatias com 2mm de espessura. As tensões residuais internas geradas durante a polimerização da restauração foram avaliadas usando a análise micro-fotoelástica. As linhas das franjas isoclínicas foram obtidas usando microscópio de luz polarizada transmitida. Enquanto que os padrões das franjas isocromáticas foram obtidos usando microscópio de luz polarizada refletida. As imagens foram registradas imediatamente em preto e branco e a cores. Para obter as isocromáticas sem as isoclínicas, um padrão de imagem foi preparado a partir de 2 imagens ajustadas em ângulo de 45º entre elas. As trajetórias de tensão das isoclínicas foram desenhadas usando construção geométrica, e a diferença entre as principais linhas de tensão foi construída a partir das cores das isocromáticas, usando a lei de tensão óptica. Para avaliar a integridade da união entre o compósito restaurador e as paredes da cavidade, as fatias dos espécimes foram colocadas solução corante por um minuto e examinadas em com estereomicroscópio. Quando os preparos em dentes bovinos foram restaurados com o compósito fotoativado, uma fenda foi formada entre a parede dentinária e o material restaurador, resultando na visualização de baixa tensão na restauração. Quando as cavidades foram restauradas com o compósito auto-polimerizável ou com o foto-polimerizável, a distribuição de tensões foi semelhante, porém a magnitude das tensões foi maior no material foto-polimerizável. Quando os preparos dos compósitos transparentes foram preenchidos com o compósito para dentes posteriores e o material transparente fotoativado, tensões significantes foram geradas nos modelos de preparos simulando a estrutura dentária, devido à contração dos materiais. Portanto, a tensão de contração de polimerização é

característica indesejável e inevitável nas restaurações adesivas que podem comprometer o sucesso das restaurações.

Ernst et al. (2003) avaliaram a influência do método de ativação softstart na tensão de contração de polimerização e integridade marginal de restaurações adesivas. A resina Araldit B, especialmente designada para análise fotoelástica, com a constante fotoelástica (f_{σ} = 10,5N/mm) menor que dos materiais acrílicos convencionais (f_{σ} = 230N/mm), foi usada no estudo. Placas desta resina foram confeccionadas com perfurações no centro (5mm de diâmetro e 3mm de espessura), esses preparos foram previamente tratados com silicatização. As resinas Pertac II, Tetric Ceram, Definite, Surefil, Solitaire, e Visio-Molar foram adesivamente unidas na cavidade do material fotoelástico. Cada resina foi separada em dois grupos, onde o primeiro usou o método de fotoativação padrão (40s, 800mW/cm²) com uma lâmpada de luz halógena; enquanto que no outro, os espécimes foram fotoativados usando o método softstart, com irradiância aumentando de 150mW/cm² para 800mW/cm² nos primeiros 15 segundos e mantida em 800mW/cm² por mais 25 segundos. As imagens fotoelásticas foram registradas 5 minutos, 1 hora e 24 horas após a fotoativação em estação fotoelástica que permitia a exata colocação e angulação dos filtros, obtendo campos de luz claros e escuros constantes durante a avaliação. O cálculo da tensão de contração foi baseado na localização e diâmetro do anel isocromático de segunda ordem obtidos nas placas de Araldit B. A infiltração marginal do corante foi investigada em restaurações de classe V preparadas em dentes humanos. Os materiais restauradores foram fotoativados de acordo com os dois métodos propostos. A penetração do azul de metileno a 2% foi analisada nas margens de esmalte e cemento. Os resultados mostraram significante redução na tensão de contração de polimerização de 7,1% para a Pertac II, 4,1% para a Tetric Ceram, 3,6% para a Definite, 3,7% para o Surefil e 6,2% para a Solitaire, quando o método de ativação exponencial foi usado. Significante redução da penetração de corante marginal foi observada apenas para o Pertac II nas margens em cemento, quando o método *soft-start* foi usando. Os autores concluíram que dependendo do material restaurador, o método de ativação *soft-start* pode diminuir na infiltração marginal de restaurações classe V. Esse efeito pode estar relacionado à significante redução da tensão de contração de polimerização, vista na análise fotoelástica. Porém, o efeito da ativação exponencial depende também do material usado, com a maior efetividade mostrada pelos compósitos resinosos híbridos.

Em 2004, Ernst et al. determinaram a tensão de contração de polimerização das resinas Tetric Ceram, ExthetX, Surefil, Clearfil AP-X, Clearfil Photo Posterior, Prodigy Condensable, Filtek P60, Solitarie 2, In Ten-S, K112, K051, Compox, Pluto e Hermes por meio de investigação fotoelástica com resina fotoelástica Araldite B. Foram realizados preparos com 5mm de diâmetro e 3mm de profundidade no centro de placas de resina fotoelástica. A superfície interna desses preparos foi previamente tratada com rocatec e realizada a aplicação de um sistema adesivo, para assegurar melhor união entre a resina araldite e a resina composta. Dez espécimes de cada material foram fotoativados com modo de fotoativação padrão com luz halógena durante 40 segundos e irradiância de 800mW/cm². Uma estação fotoelástica fixa foi montada com os filtros posicionados em correta angulação para obter campo de luz constante para a avaliação em estereomicroscópio. As imagens foram captadas 4 minutos e 24 horas após a fotoativação da resina composta por câmera digital, transferidas para um computador e analisadas com software especificamente desenvolvido para identificar o diâmetro dos anéis isocromáticos formados. Para determinar os valores das tensões uma fórmula matemática baseada nos princípios físicos de fotoelasticidade foi aplicada. Os valores de tensão calculados 4 minutos e 24 horas após a fotoativação foram: 3,8±0,1 e 4,4±0,1MPa para a Tetric Ceran; 3,9±0,1 e 4,6±0,1MPa para a EsthetX; 3,1±0,1 e 3,7±0,1MPa para a Z250; 4,1±0,2 e 4,6±0,1MPa para a Clearfil AP-X; 3,5±0,1 e 4,1±0,1MPa para a Prodigy Condensable; $3,3\pm0,1 e 4,0\pm0,1$ MPa para a Filtek P60; $3,6\pm0,1 e 4,5\pm0,1$ MPa para a Surefil; 3,9±0,1 e 4,5±0,1MPa para a Clearfil Photo Posterior; 4,4±0,1 e

64

5,4±0,1MPa para a Solitaire 2; 2,7±0,1 e 3,2±0,1MPa para a In Tem-S; 3,2±0,1 e 3,9±0,1MPa para a K112; 2,7±0,5 e 3,1±0,1MPa para a K051, 2,9±0,1 e 3,2±0,1MPa para a Compox; e 2,0±0,1 e 2,0±0,1MPa para a Hermes. Não foi possível visualizar anéis isocromáticos quando a resina Pluto foi testada. Desta forma, foi demonstrado que existiram avanços na busca pela redução da tensão de contração de polimerização pelo uso de novos monômeros na composição das resinas ou modificações na proporção monômero/carga.

Vásquez-Rodriguez et al. (2004) analisaram a tensão de cisalhamento entre uma fibra de poliéster termoplástica em uma matriz polimérica, usando modelo de ensaio de tração. O método utilizado para a análise foi a fotoelasticidade. A calibração fotoelástica da resina epóxica foi realizada com o teste de flexão de quatro pontos. O teste de tração da fibra foi realizado em máquina de teste universal com célula de carga de 5kN a 30mm/min. A tensão de cisalhamento na interface foi medida localizando-se as franjas isocromáticas, que correspondem aos pontos ao longo de todo o espécime nos quais as principais tensões têm o mesmo valor. As imagens geradas para calibração fotoelástica da resina epóxica mostraram que com o aumento na força de cisalhamento ocorreu o aumento das franjas isocromáticas e a partir das imagens, o coeficiente de tensão das franjas foi obtido. Para o cálculo da constante fotoelástica foi usada a curva do gráfico obtido a partir da equação: 3Pa/h²N que é conseguida com a análise de regressão linear. O valor da constante obtido foi 2295,6N/m. A relação entre o módulo de elasticidade da fibra e da resina epóxica foi aproximadamente 6, suficiente para conseguir uma resposta isocromática dos espécimes. Concluiu-se que a técnica fotoelástica revelou as tensões geradas na interface cisalhante quando o espécime foi submetido às forças de tração. As franjas isocromáticas obtidas nos espécimes testados puderam ser usadas para medir a tensão de cisalhamento na interface e a tensão de cisalhamento máxima na interface entre o material termoplástico e polimérico.

Em 2005, Ainola & Aben desenvolveram novas fórmulas que descrevem a variação de características paramétricas quando a luz passa através de um meio birrefringente não-homogêneo. Para a análise, foi considerada a passagem de luz polarizada através de um corpo amorfo com birrefringência nãohomogênea imerso em um tanque que permite a refração de luz. Com base nas medidas de transformação da polarização foram obtidas informações sobre o campo de tensão no corpo. Assumiu-se que a birrefringência é baixa e que a aproximação óptica geométrica pode ser aplicada. Além disso, o meio foi considerado contínuo e as ondas refletidas podem ser ignoradas. Considerando um meio birrefringente arbitrário, os valores das principais tensões e sua orientação variam com o feixe de luz. Neste caso, sempre existem duas direções perpendiculares ao polarizador por onde a luz que sai do corpo também é polarizada linearmente. Foi possível também medir o retardo óptico característico entre direções secundárias. Considerando que as tensões principais e secundárias são conhecidas, as características paramétricas também foram medidas. Essas fórmulas são precisas e válidas apenas quando as direções das tensões principais são constantes sob o feixe de luz. As principais fórmulas podem ser simplificadas se a birrefringência do objeto de teste é baixa, esse recurso tem sido amplamente usado em aplicações práticas desse método. Desta forma, as equações que conectam as medidas paramétricas ópticas com as tensões na fotoelasticidade foram consideradas. O problema tem solução exata apenas se as direções principais das tensões no feixe de luz forem constantes. Quatro fórmulas foram desenvolvidas para alcançar a validade da aproximação linear em aplicações práticas do método de fotoelasticidade.

Braga *et al.* (2006) estudaram a influência das dimensões da cavidade no desenvolvimento da tensão de contração de polimerização e micro-infiltração de restaurações em resina composta. Cavidades cilíndricas com quatro diâmetros diferentes (2, 3, 4 ou 6mm) e duas profundidades (1 ou 2mm) foram preparadas em dentes bovinos e reproduzidas com resina fotoelástica (PML-1). As superfícies

66

internas das cavidades foram preparadas com jateamento e aplicação de sistema adesivo antes da inserção do compósito resinoso (Z250). Após a inserção de incremento único, o compósito foi fotoativado com lâmpada de luz halógena com 600mW/cm² durante 40 segundos. Os espécimes foram fotografados em polarímetro de campo circular disposto em duas direções perpendiculares. As franjas de tensão foram analisadas tridimensionalmente. As franjas isocromáticas representaram a distribuição das tensões dentro do modelo fotoelástico e a ordem das franjas (que são proporcionais à diferença entre as principais tensões) indicaram a intensidade da tensão. As ordens das franjas foram contadas nas margens oclusais e ângulos internos das cavidades. A maioria dos espécimes demonstrou distribuição de tensão assimétrica. Os valores das franjas de maior ordem foram registrados. Para o teste de micro-infiltração, preparos nos dentes bovinos foram restaurados, armazenados em água destilada e após 24 horas foram imersos em solução de nitrato de prata a 0,5% por 2 horas. Depois disso, os espécimes foram colocados em solução radiográfica por 6 horas sob luz fluorescente. O diâmetro dos espécimes foi medido com perfilômetro, depois eles foram seccionados ao meio onde a profundidade de penetração do corante foi medida. A análise fotoelástica mostrou que a ordem da franja foi maior nos ângulos internos do que nas margens da restauração. Houve tendência de obter maiores ordens de franjas quando o diâmetro e a profundidade da cavidade eram maiores. Uma análise de regressão revelou significante influência da profundidade da restauração em diâmetros acima de 2mm. O efeito do diâmetro na microinfiltração foi maior para restaurações com 2mm de profundidade que aquelas com 1mm. Pôde-se concluir que a tensão de contração e a micro-infiltração foram maiores em restaurações com grandes diâmetros e profundidades. A microinfiltração pareceu estar relacionada ao volume da restauração e não com seu fator C.

Pereira *et al.* (2007) apresentaram o desenvolvimento de um software (MATLAB) para a análise de tensões em peças mecânicas. Foi apresentado um

programa para a análise de discos planos submetidos a cargas de compressão diametralmente opostas. A técnica experimental fotoelástica foi realizada por polariscópio circular de campo escuro ou claro, permitindo análise de tensão em todo o modelo com a leitura das ordens das franjas isocromáticas obtidas através do polariscópio e modelos birrefringentes. As tensões obtidas a partir da análise fotoelástica com o software e a partir de análise por elementos finitos com o software ANSYS foram comparadas. O software usado para análise por elementos finitos utiliza malha para dissimular o espaço da peça, enquanto o modelo da fotoelasticidade utiliza o equacionamento matemático da distribuição das tensões a partir da obtenção das ordens das franjas. Alguns conceitos de processamento digital de imagens para criar as imagens das franjas isocromáticas também são usados. Os valores encontrados foram simétricos e se assemelharam bastante. Assim, foram encontradas evidências de que é possível validar o modelo de elementos finitos a partir dos cálculos teóricos desenvolvidos no MATLAB.

Vásquez-Rodríguez *et al.* (2007) mediram e analisaram a tensão de cisalhamento da interface termoplástica/polimérica por meio das franjas isocromáticas de imagens fotoelásticas. Uma fibra de poliéster termoplástica com 1,3mm de diâmetro e uma resina epóxica foram usadas no estudo. A fibra de poliéster foi coberta com a resina epóxica e os espécimes para o teste de *pull-out* foram obtidos. A calibração da constante fotoelástica foi realizada com o método de flexão 4 pontos, com barras com 100mm de comprimento, 10mm de altura e 5mm de espessura. O instrumento de polarização usado foi um polariscópio de campo circular escuro, constituído de 4 elementos: duas lentes polarizadoras com seus eixos cruzados em 90° e duas lentes de um quarto de onda ajustadas a aproximadamente 45° do eixo de polarização da primeira lente, que foi ajustada em uma orientação vertical. Para realizar o teste de *Pull-out* a terminação do filamento embebido na resina epóxica foi tracionada e as tensões geradas na interface dos dois materiais foram monitoradas. A tensão de cisalhamento máxima localizou-se ao longo da superfície da fibra com distância de 2,5 vezes de

diâmetro a partir da borda do espécime. Os valores de tensão de cisalhamento máximos obtidos a partir da avaliação fotoelástica foram corrigidos usando a equação Schuster e Scala para incluir a distribuição tridimensional das tensões de cisalhamento ao redor da fibra, cujos valores variaram de 0,27 a 1,17MPa.

3. PROPOSIÇÃO

O objetivo neste estudo foi avaliar, por meio de análise fotoelástica, as tensões de contração de polimerização geradas imediatamente, 24 horas e 7 dias depois da fotoativação, de três resinas experimentais com diferentes tipos de fotoiniciadores, e duas comerciais, sendo uma à base de monômeros metacrilatos e a outra à base de siloranos.

4. MATERIAIS E MÉTODO

4.1. Materiais

Os materiais usados neste estudo estão listados na Tabela 4.1.

Tabela 4.1 – №	lateriais, c	composição e	e fabricantes	dos materiais	usados no	estudo.
-----------------------	--------------	--------------	---------------	---------------	-----------	---------

Material	Composição	Fabricante
Filtek Z250	Óxido de alumínio, sílica e óxido de zircônia (82%), canforoquinona, Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA.	3M – ESPE, St. Paul, MN, EUA.
Filtek Silorane	Partículas de quartzo e fluoreto de ítrio (76%), canforoquinona, sal de iodo, resina silorano, estabilizadores e pigmentos	3M – ESPE, St. Paul, MN, EUA.
Adper Single Bond 2	Etanol, Bis-GMA, silano tratado com carga de síliica, 2-hidroxietilmetacrilato, ácido itacônico e diuretano dimetacrilato.	3M – ESPE, St. Paul, MN, EUA.
Silorane Adhesive System	Primer auto-condicionante: Metacrilatos fosforilados, canforoquinona, HEMA, Bis- GMA, água, álcool, sílica silanizada, copolímeros do Vitrebond™, estabilizadores. Adesivo: Canforoquinona, dimetacrilatos hidrófobos, metacrilatos fosforilados, TEGDMA, sílica silanizada, estabilizadores.	3M – ESPE, St. Paul, MN, EUA.
Araldite GY 279	Resina epóxi, diluente reativo monofuncional.	Araltec Produtos Químicos, Guarulhos – SP.
Aradur 2963	Endurecedor livre de fenol, amina.	Araltec Produtos Químicos, Guarulhos – SP.
Monômeros	Bis-GMA, TEGDMA, Bis-EMA, UDMA.	Sigma-Aldrich.
Cargas	Vidro de BárioAluminoSilicato (0,5 μm). Sílica coloidal (0,04 μm).	Biodinâmica.
Iniciadores	Canforoquinona. 1-Fenil-1,2-Propanodiona. Dimetil amino etil metacrilato.	Sigma-Aldrich.

Para a confecção dos discos fotoelásticos foi utilizada a resina base Araldite GY 279 e o endurecedor Aradur 2963 (Araltec Produtos Químicos – SP, Brasil) (Figura 4.1). A resina Araldite possui diluente reativo monofuncional com baixa tendência à cristalização com as seguintes características: cor Gardner: 3; viscosidade a 25°C de 500-700MPa; peso específico (20°C) de 1,10h/cm³; teor de resina epóxi de 4,70-5,20Eq/kg; e equivalente epóxi: 192-212Eq/Kg. O endurecedor Aradur 2963 apresenta baixa viscosidade e não contém fenol. O tempo de trabalho é de 40 minutos, em 250g a 23°C. Apresenta as seguintes propriedades: aspecto e cor Gardner: 2; viscosidade a 25°C: 30-70MPa; peso específico de 1,00h/cm³ a 25°C; índice de amina 324-350mgKOH/g; e H⁺ g por equivalente epóxi 85.



Figura 4.1 – Endurecedor Aradur 2963 (A) e resina fotoelástica base Araldite GY 279 (B).

Os compósitos comerciais Filtek Silorane e Filtek Z250 (3M – ESPE, St. Paul, MN, EUA), juntamente com os sistemas adesivos Adper Single Bond 2 e Silorane System Adhesive (3M – ESPE) foram utilizados para melhorar a união entre a resina fotoelástica e os compósitos resinosos (Figura 4.2).



Figura 4.2 – Resinas comerciais e sistemas adesivos.

Os monômeros dimetacrilatos Bis-GMA (Aldrich) 29% em massa, BisEMA (Aldrich) 31% em massa, UDMA (Aldrich) 31% em massa e TEGDMA (Aldrich) 7% em massa, foram usados para a fabricação dos compósitos experimentais, correspondendo a 40% em massa de matriz orgânica. O conteúdo inorgânico correspondeu a 60% em massa da composição do compósito, dos quais 80% foram partículas de BárioAlumínioSilicato (BaAlSi) (Biodinâmica), com 0,5 µm de tamanho e 20% de sílica coloidal (SiO₂) (Biodinâmica) com tamanho médio de 0,04 µm, ambas silanizadas com y-metacriloxipropil trimetoxissilano (3%). Os agentes iniciadores da reação de ativação usados na matriz orgânica foram a Canforoquinona (CQ) (Aldrich) e o 1-Fenil-1,2-Propanodiona (PPD) (Aldrich). A amina dimetil amino etil metacrilato (DMAEMA) (Aldrich) foi usada como agente redutor e o BHT (Hidroxi Butil Tolueno) como inibidor (0,1%). Desta forma, três compósitos foram sintetizados usando diferentes sistemas de ativação e os seguintes percentuais em massa:

I – CQ/Amina (0,4/0,8%);

II – CQ/PPD/Amina (0,2/0,2/0,8%);

III – PPD/Amina (0,4/0,8%).

4.2. Método

4.2.1. Fabricação dos compósitos experimentais

O preparo dos compósitos experimentais foi realizado em três estágios: fabricação da matriz orgânica, preparo da fase inorgânica e mistura das duas fases, todos realizados em temperatura ambiente, sob penumbra. A primeira etapa consistiu na confecção da matriz orgânica. O monômero BisGMA foi proporcionado e pesado em balança analítica digital (Chyo Balance Corp., Japão) com precisão de 0,0001g. A partir desse valor, a massa dos demais componentes foi calculada e pesada de acordo com as porcentagens previamente estabelecidas. Os monômeros Bis-GMA, TEGDMA, UDMA e BisEMA foram proporcionados e adicionados para mistura seguindo a ordem crescente de viscosidade. Posteriormente, o inibidor BHT (Hidroxi Butil Tolueno) foi adicionado aos monômeros com a finalidade de prevenir a polimerização espontânea dos metacrilatos. O fotoiniciador determinado para cada resina e a amina foram incorporados a essa mistura de monômeros. Para a incorporação da carga, a massa final da matriz orgânica foi mensurada servindo de base para o cálculo da fase inorgânica (60%). As partículas foram pesadas, misturadas e incorporadas à matriz orgânica. Na última etapa de preparação dos compósitos experimentais, a matriz orgânica e os componentes inorgânicos foram misturados para a obtenção de uma massa homogênea. As resinas foram mantidas sob refrigeração a 4°C por 30 minutos antes do momento da utilização.

4.2.2. Confecção dos discos de resina fotoelástica

Para a confecção dos discos de resina fotoelástica foram utilizadas matrizes de silicone por adição (Futura AD, DFL Indústria e Comércio S.A., Rio de Janeiro, RJ) obtidas de um modelo de aço inoxidável em forma de disco, com 20mm de diâmetro externo, 2mm de espessura e uma perfuração central com 6mm de diâmetro (Figura 4.3).



Figura 4.3 – Matriz metálica (A), moldagem (B) e molde de silicone por adição (C) para confecção dos discos de resina fotoelástica.

A resina base Araldite e o endurecedor Aradur foram vertidos num pote de vidro tipo Dappen, na proporção de 2:1. Com auxílio de espátula 7, as porções foram misturadas manualmente com o cuidado de evitar a incorporação de ar, que dificultam o processo de análise das amostras. Após a mistura, o material foi cuidadosamente injetado na matriz com seringa (Figura 4.4). Uma folha de acetato foi colocada sobre o molde de maneira a remover o excesso de resina e obter superfície regular e plana. Após o preenchimento, os moldes foram armazenados em recipiente fechado e deixados em temperatura ambiente por 72 horas até a completa polimerização da resina.



Figura 4.4 – Inserção da resina fotoelástica no molde.

Após a presa, os discos foram removidos dos moldes e a superfície interna desgastada com broca de 6mm de diâmetro montada numa furadeira de bancada, para promover abrasão e melhorar a retenção micromecânica entre a resina fotoelástica e as resinas compostas (Figura 4.5). Posteriormente, todos os discos foram armazenados em estufa a 37°C durante 24 horas, para permitir a liberação de tensões residuais que poderiam estar presentes na resina fotoelástica.



Figura 4.5 – Discos de resina fotoelástica.

4.2.3. Preparo das amostras

Antes do preparo das amostras, os discos de resina fotoelástica foram posicionados entre os filtros polarizadores para verificar se havia tensão residual. Quando detectada essa tensão, o disco era levado novamente à estufa por 24 horas até que a tensão fosse dissipada. Quando isso não ocorreu, o disco foi descartado.

Os compósitos resinosos avaliados foram distribuídos em cinco grupos (n=5): G1 – Filtek Silorane; G2 – Filtek Z250; G3 – Experimental I; G4 – Experimental II e G5 – Experimental III. A superfície interna dos discos foi tratada com uma camada do adesivo Adper Single Bond 2 (3M-ESPE) com auxílio de um

pincel descartável (Microbrush, KG) (Figura 4.6). Em seguida, seco com leve jato de ar e fotoativado com LED na irradiância de 890mW/cm² durante 20 segundos para todos os grupos, exceto para a resina à base de silorano. Neste caso, um adesivo específico para esse material foi aplicado (Silorane System Adhesive, 3M-ESPE) da seguinte maneira: uma fina camada do Primer autocondicionante foi depositada sobre a superfície interna do disco com pincel descartável, seca com leve jato de ar e fotoativada, por 10 segundos; seguido da aplicação do Bond nas mesmas condições e fotoativado por mais 10 segundos, ambas com LED na irradiância de 890mW/cm².



Figura 4.6 – Aplicação do sistema adesivo na superfície interna do preparo.

Os compósitos foram inseridos na cavidade do disco de resina fotoelástica em incremento único, a fim de registrar a contração total desse incremento, com espátula de inserção em titânio nº 6 (Figura 4.7), os excessos foram cuidadosamente removidos, a superfície protegida com uma tira matriz de poliéster e fotoativados com luz LED (Ultra-Lume LED 5, Ultradent Products Inc., South Jordan, Utah 84095, EUA), com a ponta do aparelho encostada no conjunto tira matriz-resina (Figura 4.8). Um modo de ativação padrão foi adotado para todos

os grupos com irradiância de 890mW/cm² por 60 segundos, o que resultou em dose de energia de 53,4J/cm².



Figura 4.7 – Inserção do compósito em incremento único (A); Adaptação e remoção dos excessos (B).



Figura 4.8 – Fotoativação do compósito.

4.2.4. Análise fotoelástica

Em seguida à fotoativação, a amostra foi posicionada entre duas lentes polarizadoras sobre uma fonte de luz branca formando ângulo de 90 graus, obtendo um campo de luz constante. Os filtros polarizadores juntamente com a amostra foram colocados sobre uma fonte de luz com filtro, gerando imagens monocromáticas. As imagens geradas a partir do polariscópio plano foram registradas com câmera digital de 2,1 MegaPixels (FD MAVICA, SONY, modelo n° MVC-FD97, Japão). As tensões geradas pela contração de polimerização do compósito foram qualitativamente analisadas a partir das franjas formadas na resina fotoelástica, baseado na "Lei Ótica das Tensões" (Figura 4.9) e comparadas entre si logo após a fotoativação, em 24 horas e 7 dias. Todas as amostras foram armazenadas em recipiente fechado e em temperatura ambiente entre os tempos de avaliação.



Figura 4.9 – Ordem das franjas isocromáticas.

4.2.5. Análise quantitativa

A avaliação quantitativa das tensões foi baseada em alguns princípios físicos. A principal equação fotoelástica é: $\delta = (\sigma_1 - \sigma_2)C d/\lambda$,

onde: δ é a tensão do material; C é uma constante do material (mm s²/Kg); λ é o comprimento de onda da luz (nm); d é a espessura do espécime (mm) e $\sigma_1 - \sigma_2$ é a maior diferença entre as tensões.

A constante do material (C) e o comprimento de onda (λ) foram combinados em uma constante fotoelástica comum f_{σ} (f_{σ} = λ /C), calculada para a resina fotoelástica usada nesse estudo. Substituindo a constante na primeira equação obtem-se: $\delta = (\sigma_1 - \sigma_2)d/f_{\sigma}$

Para obter os valores da tensão de contração (σ_0) a partir dos anéis cromáticos a equação foi reformulada: $\sigma_0 = (N_x D_x^2 f_\sigma)/(D_i^2 2d)$,

onde: N_x é a ordem o anel cromático; D_x^2 é o diâmetro da franja isocromática (mm); D_i^2 é o diâmetro da cavidade (mm); f_σ é a constante fotoelástica (N/mm) e d é a espessura do disco de resina fotoelástica (mm).

Três medições foram realizadas para cada amostra. A média do diâmetro da franja foi calculada para ser usada na fórmula $\sigma_0 = (N_x D_x^2 f_\sigma)/(D_i^2 2d)$, considerando uma escala referencial de 5mm colocada ao lado da amostra. A foto da amostra com a escala foi utilizada para medição das franjas isocromáticas, com auxílio do programa *UTHSCSA ImageTool.* Os valores de tensão de contração de polimerização foram calculados baseados na localização e no diâmetro da franja isocromática de primeira ordem correspondente ao primeiro anel visível (da borda para o centro) exibido na resina fotoelástica, na imagem monocromática. Quanto mais próximo do compósito, maior é a ordem do anel isocromático.

Os valores de tensão de contração calculados foram submetidos à análise estatística (ANOVA de medidas repetidas seguido pelo teste de Bonferroni) considerando os fatores: compósito e tempo.

5. RESULTADOS

5.1. Análise qualitativa

Devido às franjas isocromáticas obtidas nos espécimes apresentarem padrão similar, apenas uma imagem de cada grupo e em cada tempo investigado foi apresentada. A maior variação de cores no halo formado na resina composta indica a presença de maiores tensões.

Na avaliação qualitativa das imagens obtidas sob a luz branca, observou-se que a resina fotoelástica apresentou menor nível de tensão no grupo do compósito Filtek Silorane. Imediatamente após a fotoativação, a imagem era caracterizada por um halo amarelo claro na área preenchida com a resina, caracterizando a presença de tensões mínimas; em 24 horas, a cor do halo foi mais intensa, indicando leve aumento na tensão e não se alterou em 7 dias (Figura 5.1).



Figura 5.1 – Franja de tensão gerada na resina Filtek Silorane sob a luz branca: imediatamente após fotoativação (A, A'), 24 horas (B, B') e 7 dias (C, C').

Para a resina Filtek Silorane, não foi possível identificar nas imagens monocromáticas a presença da franja de primeira ordem completamente formada em nenhum dos tempos avaliados (Figura 5.2).



Figura 5.2 – Imagens monocromáticas das tensões geradas na resina Filtek Silorane. Imediato (A); 24 horas (B) e 7 dias (C) após a fotoativação.

Observando as imagens das tensões geradas no grupo do compósito Filtek Z250 (Figura 5.3), notou-se a presença de uma franja delgada de cor alaranjada nos primeiros minutos após a fotoativação. Em 24 horas as franjas possuiam maior espessura e maior variação de cores, de laranja a roxo e algumas áreas de tonalidade azulada. Em 7 dias, o halo roxo mostrou-se mais nítido e as áreas azuis estavam mais presentes.



Figura 5.3 – Franjas formadas pela resina Z250 sob a luz branca. Imediatamente após fotoativação (A, A'), 24 horas (B, B') e 7 dias (C, C').

As imagens monocromáticas para este grupo mostraram que imediatamente após a fotoativação, a franja de primeira ordem não estava completamente formada porém, em 24 horas a resina fotoelástica exibiu uma franja de primeira ordem que tornou-se mais evidente em 7 dias (Figura 5.4), indicando que as tensão aumentou, principalmente em 24 horas.



Figura 5.4 – Imagens monocromáticas das tensões geradas pela resina Z250: imediato (A); 24 horas (B) e 7 dias (C) após fotoativação.

O compósito experimental I, que contém apenas a canforoquinona como fotoiniciador (grupo 3), gerou maior tensão na resina fotoelástica. A imagem realizada imediatamente após a fotoativação revelou a presença de tensões, caracterizadas pela formação de halos com cores nítidas variando de amareloalaranjado, rosa, azul e algumas regiões com a presença da cor azul com tonalidade mais clara. Em 24 horas e 7 dias, as imagens revelaram o aumento dessas tenões com a formação de um novo halo de cor verde, e em 7 dias observou-se algumas áreas com repetição de cores, indicando um padrão de tensão crescente com o início da formação de uma nova franja em 7 dias (Figura 5.5).



Figura 5.5 – Franjas formadas pela resina experimental I sobre a luz branca: imediatamente após fotoativação (A, A'), 24 horas (B, B') e 7 dias (C, C').

A avaliação da resina fotoelástica onde a resina experimental I foi polimerizada, sobre a luz monocromática, mostrou a presença de franjas de primeira ordem, que tornaram-se mais espessas com o passar do tempo. Houve o

início da formação de franja de segunda ordem 7 dias após a fotoativação (Figura 5.6).



Figura 5.6 – Imagens monocromáticas das tensões geradas pela resina experimental I. Imediato (A); 24 horas (B) e 7 dias (C) após fotoativação.

Imediatamente após a fotoativação, as imagens geradas pelo compósito experimental II mostraram a presença de um halo alaranjado, seguido pela cor rosa e em algumas áreas regiões mais escuras e roxas. Em 24 horas, um halo com maior variação de cores foi observado. Esse padrão sofreu leve alteração em 7 dias (Figura 5.7).



Figura 5.7 – Imagens das franjas fotoelásticas observadas no grupo 4 sobre a luz branca. Imediatamente após fotoativação (A, A'), 24 horas (B, B') e 7 dias (C, C').

Quando este grupo foi avaliado sob a luz monocromática, as imagens revelaram a presença de leves tensões que formaram um halo delgado na resina experimental, correspondente à franja de primeira ordem. Esse halo de tensão tornou-se mais evidente e espesso em 24 horas e 7 dias (Figura 5.8).



Figura 5.8 – Imagens monocromáticas das tensões geradas pelo grupo 4: imediato (A); 24 horas (B) e 7 dias (C) após fotoativação.

Quando a resina experimental III foi usada (grupo 5), os halos formados na resina fotoelástica apresentaram variação de cores: alaranjada com algumas regiões mais escuras imediatamente após a fotoativação. No seguinte tempo de avaliação, halos completos com as cores azul escuro e azul claro foram visualizados, indicando o aumento da tensão. Em 7 dias, esse padrão de cores foi modificado pelo discreto aumento de áreas de cor azul claro e pela presença de uma região de início da formação de uma nova franja (Figura 5.9).



Figura 5.9 – Imagens observadas no grupo 5 sobre a luz branca: imediatamente após fotoativação (A, A'), 24 horas (B, B') e 7 dias (C, C').

A franja monocromática de primeira ordem nos espécimes deste grupo, mostrou-se com intensidade moderada ao longo do perímetro, imediatamente após a fotoativação. Em 24 horas, o halo formado tornou-se mais evidente e sofreu pouca alteração aparente em 7 dias (Figura 5.10).



Figura 5.10 – Imagens monocromáticas das tensões geradas pelo grupo 5: imediato (A); 24 horas (B) e 7 dias (C) após fotoativação.

Comparando as duas resinas comerciais avaliadas, observou-se que a resina à base de silorano gerou menor tensão que a resina à base de metacrilatos para os três tempos investigados. Além disso, 24 horas após a fotoativação, houve aumento da tensão gerada pelos dois compósitos comerciais.

Considerando as resinas experimentais, o grupo 3 apresentou maior tensão, enquanto que o grupo 5 gerou menor tensão quando a análise fotoelástica foi realizada no tempo imediato. Todos os grupos mostraram tensões crescentes com o passar do tempo, sendo que o maior índice de crescimento dessas tensões foi observado em 24 horas.

5.2. Análise quantitativa

As tabelas da análise de variância de medidas repetidas (Tabela 5.1 e Tabela 5.2) demonstraram que as variáveis: tempo, compósito resinoso e a interação delas foram estatisticamente significantes.

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Média de quadrados	F	Р
Tempo	2	1,595	0,778	62,313	<0,001
Tempo * Compósito	8	0,418	0,052	4,186	0,001
Resíduo	50	0,624	0,012		
Total	60	2,637			

Tabela 5.1 – Análise de Variância para o efeito intra-sujeitos (tempo).

Tabela 5.2 – Análise de Variância para o efeito inter-sujeitos (compósito).

Fonte de variação	Graus de liberdade	Soma de quadrados	Média de quadrados	F	Р
Compósito	4	5,226	1,307	36,320	<0,001
Tempo * Compósito	1	1149,062	1149,062	31941,804	<0,001
Resíduo	25	0,899	0,012		
Total	30	1155,187			

Os valores de tensão de contração de polimerização calculados em MegaPascal (MPa) são mostrados na Tabela 5.3 e Figura 5.11. A análise estatística mostrou que não houve diferença significativa entre os compósitos comerciais no tempo imediato (p>0,05). Em 24 horas e 7 dias, o compósito Filtek Z250 mostou maiores valores de tensão quando comparado ao Filtek Silorane (p<0,05). Os três compósitos experimentais mostraram valores de tensão sem diferença estatística entre os tempos (p>0,05). De maneira geral, as tensões avaliadas imediatamente após a fotoativação foram estatisticamente menores às avaliadas em 24 horas e 7 dias, exceto para o compósito Filtek Silorane (p<0,05). As tensões nos tempos 24 horas e 7 dias não diferiram estatisticamente em nenhum dos compósitos testados (p>0,05).

Grupos			Tempo			
(compósitos)	Imediato		24 horas		7 dias	
1 (Silorane)	3,08 ± 0,09	aА	3,19 ± 0,10	aА	3,16 ± 0,10	aА
2 (Z250)	3,19 ± 0,13	aА	3,53 ± 0,15	bB	3,69 ± 0,10	bB
3 (exp. I)	3,64 ± 0,19	bA	3,84 ± 0,16	cВ	3,87 ± 0,17	cВ
4 (exp. II)	3,59 ± 0,17	bA	3,82 ± 0,17	cВ	3,80 ± 0,11	cВ
5 (exp. III)	3,45 ± 0,11	bA	3,83 ± 0,19	cВ	3,92 ± 0,13	cВ

Tabela 5.3 – Valores das médias ± desvio padrão (MPa) da tensão de contração de polimerização dos compósitos nos três tempos avaliados.

*Letras minúsculas distintas indicam diferença em cada coluna; letras maiúsculas distintas indicam diferença em linha pelo teste de Bonferroni (p<0,05).



Figura 5.11 – Gráfico das médias de tensão de contração de polimerização dos compósitos nos três tempos avaliados.

6. DISCUSSÃO

As imagens fotoelásticas obtidas possibilitaram a visualização das tensões geradas pela contração de polimerização dos compósitos testados. De acordo com a literatura, a resultante da contração volumétrica do compósito ocorre em direção ao centro da massa do material e a distribuição das tensões é predominantemente controlada pelas condições das superfícies livres, qualidade da adesão e formação de fendas (Kinomoto *et al.*, 2000; Braga *et al.*, 2006; Park *et al.*, 2008; Watts & Satterthwaite, 2008). Neste estudo a adesão ocorreu somente na parede circundante do disco de resina fotoelástica. De acordo com trabalho anterior (Price *et al.*, 2000), nessas condições a resultante da contração do compósito ocorre em direção à interface de união. Tudo indica que o padrão das franjas isocromáticas formadas na resina fotoelástica foi conseqüência da força de tração que o compósito exerceu na resina fotoelástica efetivamente unida a ele.

Os compósitos comerciais apresentaram menor tensão de contração de polimerização quando comparados aos compósitos experimentais. As formulações experimentais usadas são menos viscosas que os materiais comerciais. A viscosidade está relacionada às interações intermoleculares que diminuem a mobilidade das moléculas monoméricas durante a reação (Charton *et al.*, 2007). Maior grau de conversão pode ser encontrado em compósitos menos viscosos devido ao aumento da difusão dos monômeros reativos e à temperatura vítrea do material (T_g) ser mais próxima da temperatura de polimerização que nos compósitos mais viscosos (Musanje & Ferracane, 2004).

Neste estudo, os monômeros resinosos presentes na composição da matriz orgânica dos materiais experimentais e do compósito Filtek Z250 foram similares e a variação da viscosidade pode estar relacionada principalmente com a quantidade de carga inorgânica presente. Por isso a viscosidade pode não ser o

93

fator mais significativo para explicar a diferença na resultante da tensão de contração de polimerização desses materiais.

A quantidade percentual de matriz orgânica foi maior e a de partículas inorgânicas menor nas formulações dos compósitos experimentais que no compósito Filtek Z250. As partículas de vidro são sólidas e não sofrem contração; e a matriz resinosa contrai devido à reação química e deformação física na transição do estado de líquido para sólido (Aw & Nicholls, 2001). Compósitos resinosos com maior quantidade de carga apresentam menor contração volumétrica, devido à menor quantidade de matriz de resina (Pearson & Bouschilcher, 2001). A contração volumétrica não deve ser o único fator a ser considerado no desenvolvimento da tensão de contração de polimerização. Assim, compósitos com menor contração devido à alta concentração de carga, pode promover aumento rápido da rigidez do material o que resultaria em maior valor de tensão (Braga et al., 2005). Também pode existir correlação entre o tamanho da partícula de carga e a contração de polimerização. Partículas de menor área de superfície precisam de menor quantidade de matriz resinosa para envolvê-las, o que permite maior incorporação delas por um dado volume de monômero, contribuindo para menor contração (Lu et al., 2006).

Os resultados deste estudo confirmaram que a tensão de contração de polimerização foi influenciada pela composição da matriz resinosa dos compósitos. O compósito resinoso Filtek Silorane apresentou o menor halo de tensão de contração de polimerização nos três tempos de avaliação. A análise estatística revelou que imediatamente após a fotoativação, não houve diferença significante entre as resinas Filtek Silorane e Filtek Z250. Nos tempos de 24 horas e 7 dias, a Filtek Z250 gerou maiores valores de tensão quando comparadas com a Filtek Silorane. Esses dois compósitos comerciais são diferentes, principalmente pelo tipo de monônero presente na matriz orgânica. Enquanto o Filtek Silorane é composto por monômeros siloranos, o Filtek Z250 é constituído de monômeros dimetacrilatos, Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA (informação fornecida pelo fabricante).

Resultados semelhantes foram obtidos por Ilie *et al.* (2007), nos quais os compósitos à base de silorano apresentaram menores valores de tensão; porém, exibiram similar padrão de curva de desenvolvimento das tensões, quando comparados aos compósitos convencionais à base de metacrilato. Nestes compósitos, a polimerização ocorre a partir da quebra das duplas ligações terminais dos radicais dimetacrilatos, resultando na diminuição do espaço entre as cadeias e conseqüente contração de polimerização (Atai *et al.*, 2007). A reação catiônica que envolve a abertura do anel nos materiais à base de siloranos e oxiranos diminui a contração de polimerização, gerando pouca tensão de contração (Peutzfeld, 1997; Weinmann *et al.*, 2005).

Apesar de não existir diferença estatisticamente significante entre os compósitos experimentais, a análise qualitativa das imagens fotoelásticas sugere que houve maior tensão quando a CQ foi usada, seguida pelas formulações com CQ/PPD e PPD, imediatamente após a fotoativação. A CQ possui espectro de absorção de 375 a 500nm, com absorção máxima em 468nm; enquanto a faixa para absorção do PPD é mais ampla, com pico no comprimento de onda de aproximadamente 400nm (Stansbury, 2000; Neunann *et al.*, 2005). O espectro de emissão de luz LED emite maior quantidade de energia na faixa do espectro de absorção da CQ (Ogunyinka *et al.*, 2007). Para obter adequada polimerização, o espectro da fonte de luz deve ser o mais próximo possível do espectro de absorção do fotoiniciador (Illie *et al.*, 2005). Por isso, a ativação da CQ pode ter ocorrido de maneira mais eficiente e o processo de polimerização iniciado mais rápido, induzindo a formação de halos com maior variação de cores, ou seja, maior tensão de contração nesses compósitos. Os halos formados em 24 horas e 7 dias nos compósitos com as três formulações foram, praticamente, similares.

Os mecanismos de ação da CQ e do PPD também são diferentes: a CQ quando excitada pela luz remove um átomo de hidrogênio do carbono (CH₂) da amina e o PPD pode agir tanto por foto-clivagem como abstração desse hidrogênio, sendo mais eficiente na formação de radicais livres (Park *et al.*, 1999).

No presente estudo este fato parece não ter efeito sobre a contração de polimerização, pois o PPD com mecanismo de ação mais eficiente gerou valores similares de tensões quando comparado com a CQ. Portanto, os dois fotoiniciadores foram eficientes em promover a conversão das duplas ligações, formando os polímeros. Aparentemente, o PPD reduziu a velocidade da reação; porém, essa situação não foi suficiente para diminuir a contração total de polimerização do compósito.

Como a contração de polimerização ocorre volumetricamente, é possível reduzir a tensão sem reduzir a taxa de contração, desde que a capacidade de escoamento do compósito seja aumentada (Yap *et al.*, 2001; Musanje & Ferracane, 2004). Este fator parece estar menos presente nos compósitos contendo apenas CQ. Além da taxa de polimerização mais lenta, outros fatores como baixo módulo de elasticidade e baixa temperatura de transição vítrea podem ser responsáveis pela redução de tensões de contração (Eick *et al.*, 2007).

O compósito com o sistema iniciador CQ/PPD mostrou halos de tensão intermediários àqueles com CQ ou PPD, porém com valores estatisticamente similares. Isso pode ter ocorrido devido à velocidade de reação para transformar monômeros em polímeros, alterando o padrão das franjas no tempo imediato; porém, tornando-se similares no final do processo de polimerização. Este resultado não comprova estudo prévio, no qual se supõe que existe efeito sinérgico entre CQ e PPD, sugerindo que a combinação CQ/PPD absorveria maior quantidade de energia disponível, como resultado da discreta variação entre os comprimentos de ondas (Park *et al.*, 1999).

A cinética da reação de polimerização é proporcional à potência do sistema de fotoiniciação (Visvanathan *et al.*, 2007) e o valor máximo de tensão ocorre no início da polimerização (Petrovic & Atanackovic, 2008). Maior concentração de fotoiniciadores pode antecipar o início da polimerização,

96

conseqüentemente, mesmo com doses menores de energia o material pode se tornar rígido poucos segundos após o início da fotoativação (Ernst *et al.*, 2000).

A alta intensidade de energia e o menor tempo de fotoativação não permitem aliviar as tensões internas no material (Lim *et al.*, 2002; Visvanathan *et al.*, 2007; Calheiros *et al.*, 2008). Assim, a contração de polimerização e a tensão desenvolvida pela contração nos compósitos também podem ser influenciados pela densidade de energia e o modo de fotoativação (Price *et al.*, 2000; Yap *et al.*, 2001; Soh *et al.*, 2004; Ilie *et al.*, 2005; Lu *et al.*, 2005).

Porém, esses fatores são limitados pela exaustão da reação, quando a intensidade luz não exerce mais influência sobre a conversão monomérica (Bouschlicher *et al.*, 1997). Em estudo prévio, a fotoativação com luz halógena ou LED não apresentou efeito significante sobre compósitos com CQ como iniciador (Uhl *et al.*, 2005). O aparelho de fotoativação de luz LED usado neste estudo foi o mesmo para todos os grupos, com densidade de energia de 53,4J/cm². Por isso, nenhuma redução na tensão de contração de polimerização ocorrida poderia ser atribuída a este fator.

Além disso, a contração de polimerização está diretamente relacionada com o grau de conversão dos monômeros resinosos (Stansbury *et al.*, 2005; Latorre-Garcia *et al.*, 2006). Em 2002, Braga e Ferracane demonstraram que existe correlação não linear entre grau de conversão e tensão de contração. Por outro lado, a densidade de energia pode aumentar o grau de conversão dos monômeros (Calheiros *et al.*, 2008). Em 2005, Lu *et al.* mostraram que baixa intensidade de luz inicial resultava em menor grau de conversão e menor tensão de contração de polimerização, quando comparada à alta intensidade. Tipo e concentração da amina no sistema fotoiniciador também podem exercer influência sobre o grau de conversão dos monômeros (Schroeder & Vallo, 2007). Além disso, Schneider *et al.* (2008) mostraram que formulações resinosas que utilizaram

97

PPD ou CQ/PPD como principal componente fotoiniciador mostraram grau de conversão similar quando comparadas àquelas com apenas CQ.

Nem toda contração de polimerização ocorre imediatamente após a fotoativação, consequentemente, a contração pode ocorrer depois da remoção da fonte de luz (Loguercio *et al.*, 2004). No presente trabalho, com exceção do compósito à base de silorano, em todos os compósitos comerciais ou experimentais, a tensão de contração de polimerização aumentou em 24 horas e permaneceu praticamente constante em 7 dias. A contração observada depois da remoção da luz ativadora pode ser atribuída à progressiva reação de ligações cruzadas que ocorre após a fotoativação e à contração térmica devido à dissipação do calor radiante (Soh *et al.*, 2004; Ilie *et al.*, 2007).

A contração do compósito promove maior tensão quando o fator C aumenta (Lee *et al.*, 2006). Assim, o acúmulo de tensões é menor quando existem poucas superfícies aderidas, ou seja, menor fator C (Feilzer *et al.*, 1987; Watts *et al.*, 2003). O fator C é considerado um parâmetro válido para a análise de tensões apenas quando o mesmo volume de material está sendo comparado (Braga *et al.*, 2006). A tensão de contração de polimerização depende tanto do fator C quanto do volume do compósito (Park *et al.*, 2008; Watts & Satterthwaite, 2008). Esses fatores foram padronizados para todos os grupos, por essa razão, não foram considerados significativos neste estudo.

A magnitude da contração e conseqüente tensão gerada pela polimerização dos compósitos resinosos são as principais causas dos problemas clínicos, como infiltração marginal (Fleming *et al.*, 2007), dor pós-operatória e cárie recorrente (Kleverlaan & Feilzer, 2005). Existe concentração de tensões na margem cavo-superficial da restauração, que pode ter grande importância na deterioração marginal das restaurações (Li *et al.*, 2008). Em 2005, Palin *et al.* encontraram significante diminuição da infiltração em cavidades restauradas com o compósito silorano experimental quando comparada às restauradas com Filtek

Z250. Essa redução na infiltração foi atribuída à diminuição da flexão das cúspides e à redução da tensão de contração de polimerização localizada na interface dente-restauração.

O desenvolvimento de grandes tensões na interface dente-restauração pode provocar falha adesiva, produzindo fendas e resultando em menores valores de resistência da união (Loguercio *et al.*, 2004). A redução da tensão é mais importante nos primeiros segundos depois do início da polimerização, quando a resistência adesiva final do sistema adesivo está sendo adquirida (Ernst *et al.*, 2000; Ernst *et al.*, 2003). Além disso, a influência das tensões de contração de polimerização sobre o dente também deve ser considerada (Lee *et al.*, 2007). As tensões de contração de polimerização induzidas pelo compósito podem ser transferidas ao dente e causar deflexão das cúspides, principalmente em restaurações MOD (Suliman *et al.*, 1994; Palin *et al.*, 2005; Bouillaguet *et al.*, 2006). Em 2004, Versluis *et al.* observaram deformações no dente indicando maior nível de tensões no dente que na restauração.

Apesar das limitações deste estudo, a análise fotoelástica foi adequada para analisar as tensões geradas pela contração de polimerização; porém, essa metodologia não permitiu acompanhar outros fatores relevantes no desenvolvimento das tensões, como cinética da reação e taxa de polimerização. Além disso, o grau de conversão e a dureza dos compósitos experimentais deveriam ser variáveis a ser enfocadas em futuros estudos.

99
7. CONCLUSÃO

Com base nos resultados obtidos na análise fotoelástica foi possível concluir que:

1 – Os compósitos comerciais Filtek Silorane e Filtek Z250 apresentaram valores similares de tensão imediatamente após a fotoativação. O compósito Filtek Z250 desenvolveu maior tensão em 24 horas e 7 dias depois da fotoativação quando comparado ao Filtek Silorane;

2 – Nos compósitos experimentais, a formulação contendo CQ gerou taxa de tensão sem diferença significante quando comparada as produzidas pelas formulações com CQ/PPD e PPD;

3 – As tensões avaliadas imediatamente depois da fotoativação foram estatisticamente menores que em 24 horas e 7 dias, exceto para o grupo 1. Não houve diferença significante em nenhum dos grupos quando os tempos de 24 horas e 7 dias foram comparados.

REFERÊNCIAS^{*}

Ainola L, Aben H. Principal formulas of integrated photoelasticcity in terms of characteristic parameters. J Opt Soc Am A. 2005; 22 (6): 1181-1186.

Arola A, Galles LA, Sarubin MF. A comparison of the mechanical behavior of posterior teeth with amalgam and composite MOD restorations. J Dent. 2001; 29: 63-73.

Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA, Bis-GMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. Dent Mater. 1998; 14: 51-56.

Atai M, Watts DC, Atai Z. Shrinkage strain-rates of dental resin monomer and composite systems. Biomaterials. 2005; 26: 5015-5020.

Aw TC, Nicholls JI. Polymerization shrinkage of densely-filled resin composites. Oper Dent. 2001; 26: 498-504.

Bouillaguet S, Gamba J, Forchelet J, Krejci I, Wataha JC. Dynamics of composite polymerization mediates the development of cuspal strain. Dent Mater. 2006; 22: 896-902.

Bouschlicher MR, Vargas MA, Boyer DB. Effect of composite type, light intensity, configuration factor and laser polymerization on polymerization contraction forces. Am J Dent. 1997; 10: 88-96.

Braga RR, Ferracane JL. Contraction stress related to degree of conversion and reaction kinetics. J Dent Res. 2002; 81 (2): 114-118.

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

Braga RR, Ballester RY, Ferracane JL. Factors involved in the development of polymerization shrinkage stress in resin-composites: a systematic review. Dent Mater. 2005; 21: 962-970.

Braga RR, Boaro LCC, Kuroe T, Azevedo CLN, Singer JM. Influence of cavity dimensions and their derivates (volume and "C" factor) on shrinkage stress development and microleakage of composite restorations. Dent Mater. 2006; 22: 818-823.

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

Charton C, Falk V, Marchal P, Pla F, Colon P. Influence of T_g, viscosity and chemical structure of monomers on shrinkage stress in light-cured dimethacrylate-based dental resins. Dent Mater. 2007; 23: 1447-1459.

Davidson CL, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. J Dent. 1997; 25: 435-440.

Davidson CL. Handling the polymerization stresses in resin-based restorative materials. Rest Dent. 2000; II (1): 9-13.

Eick JD, Kotha SP, Chappelow CC, Kilway KV, Geise GJ, Glaros AG, *et al.* Properties of silorane-based dental resins and composites containing a stressreducing monomer. Dent Mater. 2007; 23: 1011-1017.

Ernst C-P, Kurschner R, Rippin G, Willershausen B. Stress reduction in resinbased composites cured with a two-step light-curing unit. Am J Dent. 2000; 13: 69-72.

Ernst C-P, Brand N, Frommator U, Rippin G, Willershausen B. Reduction of polymerization shrinkage stress and marginal microleakage using soft-start polymerization. J Esthet Restor Dent. 2003; 15: 93-104.

Ernst C-P, Meyer GR, Klocker K, Willershausen B. Determination of polymerization shrinkage stress by means of a photoelastic investigation. Dent Mater. 2004; 20: 313-321.

Feilzer AJ, De Gee AJ, Davidson CL. Setting stress in composite resin in relation to configuration of the restoration. J Dent Res. 1987; 66 (11): 1636-1639.

Feilzer AJ, Gee AJ, Davidson CL. Increased wall-to-wall curing contraction in thin bonded resin layers. J Dent Res. 1989; 68 (1): 48-50.

Feilzer AJ, Dauvillier BS. Effect of TEGDMA/Bis-GMA ratio on stress development and viscoelastic properties of experimental two-paste composites. J Dent Res. 2003; 82 (10): 824-828.

Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. Dent Mater. 2005; 21: 36-42.

Fleming GJP, Khan S, Afzal O, Palin WM, Burke FJP. Investigation of polymerization shrinkage strain, associated cuspal movement and microleakage of MOD cavities restored incrementally with resin-based composite using a LED light cure unit. J Dent. 2007; 35: 97-103.

Floyd CJE, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. Dent Mater. 2006; 22: 1143-1149.

Fong H, Dickens SH, Flaim GM. Evaluation of dental restorative composites containing polyhedral oligomeric silsesquioxane methacrylate. Dent Mater. 2005; 21: 520-529.

Gonçalves F, Pfeifer CS, Ferracane JL, Braga RR. Contraction stress determinants in dimethacrylate composites. J Dent Res. 2008; 87 (4): 367-371.

Ilie N, Felten K, Trixner K, Hickel R, Kunzelmann K-H. Shrinkage behavior of a resin-based composite irradiated with modern curing units. Dent Mater. 2005; 21: 483-489.

Ilie N, Jelen E, Clementino-Luedemann T, Hickel R. Low-shrinkage composite for dental application. Dent Mater J. 2007; 26 (2): 149-155.

Kahler B, Kotousov A, Borkowisk K. Effect of material properties on stresses at the restoration-dentin interface of composite restorations during polymerization. Dent Mater. 2006; 22: 942-947.

Kinomoto Y, Torii M. Photoelastic analysis of polymerization contraction stresses in resin composite restorations. J Dent. 1998; 26: 165-171.

Kinomoto Y, Torii M, Takeshige F, Ebisu S. Polymerization contraction stress of resin composite restorations in a model class I cavity configuration using photoelastic analysis. J Esthet Dent. 2000; 12: 309-319.

Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. Polymerization shrinkage and contraction stress of dental resin composites. Dent Mater. 2005; 21: 1150-1157.

Kuijs RH, Fennis WMM, Kreulen CM, Barink M, Verdonschot N. Does layering minimize shrinkage stresses in composite restorations? J Dent Res. 2003; 82 (12): 967-971.

Latorre-García M, Alvarez-Gayosso C, Barceló-Santana F, Vera-Graziano R. Study of shrinkage-strain and contraction rates of commercial and experimental compomers. Dent Mater. 2006; 22: 1063-1070.

Lee I-B, Cho B-H, Son H-H, Um C-M, Lim B-S. The effect of consistency, specimen geometry and adhesion on the axial polymerization shrinkage measurement of light cured composites. Dent Mater. 2006; 22: 1071-1079.

Lee SH, Chang J, Ferracane J, Lee IB. Influence of instrument compliance and specimen thickness on the polymerization shrinkage stress measurement of light-cured composites. Dent Mater. 2007; 23: 1093-1100.

Li J, Li H, Fok SL. A mathematical analysis of shrinkage stress development in dental composite restorations during resin polymerization. Dent Mater. 2008; 24: 923-931.

Lim B-S, Ferracane JL, Sakaguchi RL, Condon JR. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light activation. Dent Mater. 2002; 18: 436-444.

Loguercio AD, Reis A, Schroeder M, Balducci I, Versluis A, Ballester RY. Polymerization shrinkage: effects of boundary conditions and filling technique of resin composite restorations. J Dent. 2004; 32: 459-470.

Lu H, Stansbury JW, Bowman CN. Impact of curing protocol on conversion and shrinkage stress. J Dent Res. 2005; 84 (9): 822-826.

Lu H, Lee YK, Oguri M, Powers JM. Properties of a dental resin composite with a spherical inorganic filler. Oper Dent. 2006; 31 (6): 734-740.

Musanje L, Ferracane JL. Effects of resin formulation and nanofiller surface treatment on the properties of experimental hybrid resin composite. Biomaterials. 2004; 25: 4065-4071.

Neumann MG, Miranda Jr WG, Schmitt CC, Rueggeberguer FA, Correa IC. Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiaors and light curing units. J Dent. 2005; 33: 525-532.

Ogunyinka A, Palin WM, Shortall AC, Marquis PM. Photoinitiation chemistry affects light transmission and degree of conversion of curing experimental dental resin composites. Dent Mater. 2007; 23: 807-813.

Palin WM, Fleming GJP, Nathwani H, Burke FJT, Randall RC. In vitro cuspal deflection and microleakage of maxillary premolars restored with novel low-shrink dental composites. Dent Mater. 2005; 21: 324-335.

Park Y-J, Chae K-H, Rawls HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. Dent Mater. 1999; 15: 120-127.

Park J, Chang J, Ferracane J, Lee IB. How should composite be layered to reduce shrinkage stress: incremental or bulk filling? Dent Mater. 2008. Article in press.

Pearson J, Bouschlicher MR. Polymerization contraction force of packable composites. Gen Dent. 2001; 49 (6): 643-647.

Pereira MGP, Smith Neto T, Almeida ID. Avaliação de franjas fotoelásticas simuladas no matlab e software de elementos finitos. 8º Congresso Iberoamericano de Engenharia Mecanica, 2007.

Petrovic LM, Atanackovic TM. A model for shrinkage strain in photo polymerization of dental composites. Dent Mater. 2008; 24: 556-560.

Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci. 1997; 105: 97-116.

Price RB, Rizkalla AS, Hall GC. Effect of stepped light exposure on the volumetric polymerization shrinkage and bulk modulus of dental composites and an unfilled resin. Am J Dent. 2000; 13: 176-180.

Post D. Photoelasticity, in: Doyle JF, Phillips JW. Manual on experimental stress analysis. Fifth Edition; Society for Experimental Mechanics, 1989.

Schneider LFJ, Pfeifer CSC, Consani S, Prahl SA, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. Dent Mater. 2008; 24: 1169-1177.

Schroeder WF, Vallo CI. Effect of different photoinitiator systems on conversion profiles of a model unfilled light-cured resin. Dent Mater. 2007; 23:1313-1321.

Soh MS, Yap AUJ, Siow KS. Post-gel shrinkage with different modes of LED and halogen light curing units. Oper Dent. 2004; 29 (3): 317-324.

Stansbury JW. Curing dental resins and composites by photopolymerization. J Esthet Dent. 2000; 12(6): 300-308.

Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. Dent Mater. 2005; 21: 56-67.

Suliman A-H, Boyer DB, Lakes RS. Polymerization shrinkage of composite resins: comparison with tooth deformation. J Prosthet Dent. 1994; 71: 7-12.

Truffier-Boutry D, Champagne SD, Devaux J, Biebuyck JJ, Mestdagh M, Larbanois P, *et al.* A physic-chemical explanation of post-polymerization shrinkage in dental resins. Dent Mater. 2006; 22: 405-412.

Uhl A, Mills RW, Rzanny AE, Jandt KD. Time dependence of composite shrinkage using halogen and LED light curing. Dent Mater. 2005; 21: 278-286.

Vásquez-Rodríguez JM, Herrera-Franco PJ, Gonzalez-Chi PI. Micromechanical analysis of thermoplastic – thermoset interphase. Macromol Symp. 2004; 216: 117-129.

Vásquez-Rodriguez JM, Herrera-Franco PJ, González-Chi PI. Analysis of the interface between a thermoplastic fiber and a thermosetting matrix using photoelasticity. Composites: Part A. 2007; 38: 819-827.

Versluis A, Douglas WH, Cross M, Sakaguchi RL. Does an incremental filling technique reduce polymerization shrinkage stresses? J Dent Res. 1996; 75 (3): 871-878.

Versluis A, Tantbirojn D, Pintado MR, DeLong R, Douglas WH. Residual shrinkage stress distributions in molars after composite restorations. Dent Mater. 2004; 20: 554-564.

Visvanathan A, Ilie N, Hickel R, Zunkelmann K-H. The influence of curing times and light curing methods on the polymerization shrinkage stress of a shrinkageoptimized composite with hybrid-type prepolymer fillers. Dent Mater. 2007; 23: 777-784.

Watts DC, Marouf AS, Al-Hindi AM. Photo-polymerization shrinkage-stress kinetics in resin-composites: methods development. Dent Mater. 2003; 19: 1-11.

Watts DC, Satterthwaite JD. Axial shrinkage-stress depends upon both C-factor and composite mass. Dent Mater. 2008; 24: 1-8.

Weinmann W, Thalacker C, Guggenberger R. Siloranes in dental composites. Dent Mater. 2005; 21: 68-74.

Witzel MF, Ballester RY, Meira JBC, Lima RG, Braga RR. Composite shrinkage stress as a function of specimen dimensions and compliance of the testing system. Dent Mater. 2007; 23: 204-210.

Yap AUJ, Ng SC, Siow KS. Soft-start polymerization: influence on effectiveness of cure and post-gel shrinkage. Oper Dent. 2001; 26: 260-266.

APÊNDICE

Obtenção da constante fotoelástica

A obtenção da constante fotoelástica da resina Araldite foi realizada por meio do ensaio de flexão de quatro pontos. Este método produz padrões de tensões em equilíbrio permitindo melhor distribuição e visualização uniforme das franjas (Vásquez-Rodriguez *et al.*, 2004).

Barras com 90mm de comprimento x 10mm de altura x 10mm de espessura foram confeccionadas com a resina Araldite a partir de moldes de silicone por adição. Cada espécime foi levado à máquina de corte para realizar o correto alinhamento dos quatro lados da barra. Posteriormente, os espécimes foram lixados com lixas d'água na sequência 600, 1200 e 2000, e polidos com pasta de pedra pomes e água.

As barras foram posicionadas num dispositivo para o teste de flexão de quatro pontos acoplado à máquina de ensaios universal Instron, modelo 4411, com célula de carga de 500N e velocidade de 0,5mm/minuto. Um polariscópio plano (Eikonal Instrumentos Ópticos Comércio e Serviço Ltda; São Paulo – SP) e um filtro de luz foram posicionados de maneira a permitir a visualização das franjas isocromáticas formadas no momento do carregamento dos espécimes (Figura 1). Quatro amostras foram ensaiadas aplicando cargas crescentes para análise das franjas formadas.

Para obtenção da constante fotoelástica, a carga foi aplicada até surgir uma franja escura no centro do espécime de resina. Esta franja corresponde à franja de ordem zero (N = 0), indicando que ocorreu deformação inicial suficiente para formar a franja de primeira ordem. Neste ponto, a franja fotoelástica de ordem um (N = 1) estava posicionada na extremidade superior do espécime.



Figura 1 – Posicionamento do espécime na máquina de ensaios universal para realização do teste de flexão de quatro pontos e calibração da constante fotoelástica.

A imagem do padrão fotoelástico foi tomada quando a franja migrou para o centro da amostra e neste momento o registro do valor da carga aplicada sobre a barra. A franja de segunda ordem (N = 2) foi obtida aplicando-se sobre o espécime uma carga maior que a empregada para a franja de ordem um. A primeira franja formada se deslocou mais para o centro do espécime como conseqüência do aparecimento da nova franja isocromática no extremo da barra. A carga aplicada foi aumentada até que a nova franja (N = 2) se localizasse na posição anteriormente ocupada pela franja N = 1. Desta forma foi obtido um novo padrão fotoelástico, registrando-se a carga utilizada. As imagens dos padrões fotoelásticos com franjas de ordens superiores foram obtidas com o mesmo procedimento, procurando não ultrapassar o limite elástico do material.

Os dados obtidos a partir do registro das franjas e das cargas aplicadas para a calibração e obtenção da constante fotoelástica da resina Araldite foram usados na equação: $f_{\sigma} = 3Pa/h^2N$,

onde: P é a carga aplicada em Newton; *a* representa a distância em metros entre os suportes; *h* é a altura em metros da barra; N é a ordem da franja fotoelástica e f_{σ} é o coeficiente de tensão da franja em Newton/metros.

Posteriormente, a inclinação do coeficiente f_{σ} foi obtida de acordo com a equação descrita acima. Os valores foram levados a um gráfico da relação 3Pa vs. h^2N para a obtenção da constante do coeficiente de tensão da franja que foi calculada por meio de regressão linear, obtendo-se o valor do coeficiente linear por meio da equação da reta.

A sequência de imagens do teste de flexão de quatro pontos mostraram aumento das franjas isocromáticas com o aumento da carga aplicada sobre o corpo-de-prova (Figura 2).



Figura 2 – Seqüência das imagens do teste de flexão de quatro pontos: Sem aplicação de carga (A). Aplicação de 2 kgf, N=0 (B). Aplicação de 4 kgf, N=1 (C). 6 kgf de força, N=1,5 (D). Carregamento de 8 kgf, N=2 (E). 10 kgf, N=2,5 (F). 12 kgf, N=3 (G).

Um gráfico de regressão linear foi feito para cada amostra de acordo com a fórmula $f_{\sigma}=3Pa/h^2N$ para determinar a curva do coeficiente fotoelástico do corpo-de-prova (Tabela 1 – Figura 3 e Figura 4). A média dos valores obtidos para cada espécime foram calculados para a obtenção da constante fotoelástica do material ($f_{\sigma}=11271$ N/m).

			Corpo-de-pro	ova 1	
<u>h = 11,19mm (0,01119m)</u>		<i>a</i> = 14,38mm (0,01438m)			
Força (Kgf)	Força (N)	Ordem da franja (N)	3P <i>a</i>	h ² N	Constante f_{σ} (N/m)
2	19,6	0	0,85	0,000000	
4	39,2	1	1,69	0,000125	
6	58,8	1,5	2,54	0,000188	11576
8	78,4	2	3,38	0,000250	11570
10	98,0	2,5	4,23	0,000313	
12	117,6	3	5,07	0,000376	
			Corpo-de-pro	va 2	
<i>h</i> = 11,73mm (0,01173m)			<i>a</i> = 14,38mm (0,01438m)		
Força (Kgf)	Força (N)	Ordem da franja (N)	3P <i>a</i>	<i>h</i> ² N	Constante f_{σ} (N/m)
2	19,6	0	0,85	0,000000	
4	39,2	1	1,69	0,000138	
6	58,8	1,5	2,54	0,000206	10535
8	78,4	2	3,38	0,000275	
10	98,0	2,5	4,23	0,000344	
12	117,6	3	5,07	0,000413	
			Corpo-de-pro	va 3	
<i>h</i> = 11,73mm (0,01173m)			<i>a</i> = 14,38mm (0,01438m)		
⊦orça		Ordem da	20.0	b ² N	Constanto f (N/m)
(Kgf)	Força (N)	franja (N)	3P <i>a</i>		
(Kgf) 2	19,6	franja (N) 0	0,85	0,000000	
(Kgf) 2 4	19,6 39,2	franja (N) 0 1	0,85 1,69	0,000000 0,000117	
(Kgf) 2 4 6	19,6 39,2 58,8	franja (N) 0 1 1,5	0,85 1,69 2,54	0,000000 0,000117 0,000176	12381
(Kgf) 2 4 6 8	19,6 39,2 58,8 78,4	franja (N) 0 1 1,5 2	0,85 1,69 2,54 3,38	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234	12381
(Kgf) 2 4 6 8 10	19,6 39,2 58,8 78,4 98,0	franja (N) 0 1,5 2 2,5	0,85 1,69 2,54 3,38 4,23	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293	12381
(Kgf) 2 4 6 8 10 12	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3	0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351	12381
(Kgf) 2 4 6 8 10 12	19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6	franja (N) 0 1,5 2 2,5 3	0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-pro	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4	12381
(Kgf) 2 4 6 8 10 12	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m)	0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-pro	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n	12381 nm (0,01438m)
(Kgf) 2 4 6 8 10 12 Força (Kgf)	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6 <i>h</i> = 11,31mm Força (N)	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m) Ordem da franja (N)	0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-prov	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n <i>h</i> ² N	12381 nm (0,01438m) Constante <i>f</i> _σ (N/m)
(Kgf) 2 4 6 8 10 12 7 Força (Kgf) 2	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6 <i>h</i> = 11,31mm Força (N) 19,6	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m) Ordem da franja (N) -0,5	3Pa 0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-prov 3Pa 0,85	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n <i>h</i> ² N - 0,000064	12381 nm (0,01438m) Constante <i>f</i> _σ (N/m)
(Kgf) 2 4 6 8 10 12 7 Força (Kgf) 2 4	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6 <i>h</i> = 11,31mm Força (N) 19,6 39,2	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m) Ordem da franja (N) -0,5 0	0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-prov 3Pa 0,85 1,69	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n <i>h</i> ² N - 0,000064 0,000000	12381 nm (0,01438m) Constante <i>f</i> _σ (N/m)
(Kgf) 2 4 6 8 10 12 7 Força (Kgf) 2 4 6	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6 <i>h</i> = 11,31mm Força (N) 19,6 39,2 58,8	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m) Ordem da franja (N) -0,5 0 1	3Pa 0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-prov 3Pa 0,85 1,69 2,54	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n <i>h</i> ² N - 0,000064 0,000000 0,000128	12381 nm (0,01438m) Constante f _σ (N/m)
(Kgf) 2 4 6 8 10 12 7 Força (Kgf) 2 4 6 8	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6 <i>h</i> = 11,31mm Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m) Ordem da franja (N) -0,5 0 1 1,5	3Pa 0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-prov 3Pa 0,85 1,69 2,54 3,38	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n <i>h</i> ² N - 0,000064 0,000000 0,000128 0,000192	12381 hm (0,01438m) Constante f _σ (N/m) 10593
(Kgf) 2 4 6 8 10 12 7 Força (Kgf) 2 4 6 8 10	Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0 117,6 <i>h</i> = 11,31mm Força (N) 19,6 39,2 58,8 78,4 98,0	franja (N) 0 1 1,5 2 2,5 3 n (0,01131m) Ordem da franja (N) -0,5 0 1 1,5 2	3Pa 0,85 1,69 2,54 3,38 4,23 5,07 Corpo-de-prov 3Pa 0,85 1,69 2,54 3,38 4,23	0,000000 0,000117 0,000176 0,000234 0,000293 0,000351 va 4 <i>a</i> = 14,38n <i>h</i> ² N - 0,000064 0,000000 0,000128 0,000192 0,000256	12381 nm (0,01438m) Constante f _σ (N/m) 10593

Tabela 1 – Dados dos corpos-de-prova 1, 2, 3 e 4 para obtenção da constante fotoelástica.





Figura 3 – Gráfico de regressão linear dos valores de 3Pa vs. h^2N do corpo-de-prova 1 (A) e corpo-de-prova 2 (B), mostrando a inclinação e a equação da reta da constante fotoelástica.





Figura 4 – Gráfico de regressão linear dos valores de 3Pa vs. h^2N do corpo-de-prova 3 (C), corpo-de-prova 4 (D), mostrando a inclinação e a equação da reta da constante fotoelástica.