

Gustavo Georges de Mattos Chraim

Grau de Conversão e Nanodureza de um Cimento Resinoso Dual Fotoativado Através de Diferentes Espessuras de uma Resina Nanocerâmica CAD/CAM

Tese submetida ao programa de Pós-Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina para obtenção do Grau de Doutor em Odontologia.

Orientador: Prof. Dr. Guilherme Carpena Lopes

Coorientador: Prof. Dr. Élito Araújo

Florianópolis

2016

Ficha de identificação da obra elaborada pelo autor,
através do Programa de Geração Automática da Biblioteca Universitária da UFSC.

Chraim, Gustavo Georges de Mattos

Grau de Conversão e Nanodureza de um Cimento Resinoso Dual Fotoativado Através de Diferentes Espessuras de uma Resina Nanocerâmica CAD/CAM / Gustavo Georges de Mattos Chraim ; orientador, Guilherme Carpena Lopes ; coorientador, Élito Araújo. - Florianópolis, SC, 2016. 78 p.

Tese (doutorado) - Universidade Federal de Santa Catarina, Centro de Ciências da Saúde. Programa de Pós Graduação em Odontologia.

Inclui referências

1. Odontologia. 2. Grau de conversão. 3. Cimento resinoso. 4. Nanodureza. 5. FTIR-ATR. I. Lopes, Guilherme Carpena. II. Araújo, Élito. III. Universidade Federal de Santa Catarina. Programa de Pós-Graduação em Odontologia. IV. Título.

Gustavo Georges de Mattos Chraim

**Grau de Conversão e Nanodureza de um Cimento Resinoso Dual Fotoativado
Através de Diferentes Espessuras de uma Resina Nanocerâmica CAD/CAM**

Esta tese foi julgada adequada para obtenção do título de Doutor e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós Graduação em Odontologia.

Florianópolis, 29 de Fevereiro de 2016

Prof^a. Izabel Cristina Santos Almeida, Dr^a. Coordenadora do Curso.

Banca Examinadora:

Prof. Guilherme Carpena Lopes, Dr. Orientador, UFSC

Prof. Sérgio Henrique Pezzin, Dr. UDESC

Prof. Abel André Cândido Recco, Dr. UDESC

Prof. Luis Leonildo Boff, Dr. UFSC

Prof. Sylvio Monteiro Jr., Dr.

UFSC

Profa. Jussara Karina Bernardon, Dra. UFSC

À Natália e ao Pedro: vocês deram
novo significado à palavra “Amor”

Agradecimentos

À **Albertina Celina de Mattos Chraim** e **Elias Chraim**, meus pais, pelo amor, pela compreensão, pela ajuda em todos os momentos. Se a generosidade tivesse outro nome, seria o de vocês.

À **Juliana Kamel de Mattos Chraim Hazim**, **João Daniel Hazim** e **Maria Antônia Chraim Hazim**, minha irmã, meu cunhado e a minha sobrinha. Vocês têm um lugar especial no meu coração.

Aos meus **avós**, **tios**, **tias** e **primos**, pelo incentivo e confiança. A convivência com vocês deixa a vida mais divertida.

Ao **Prof. Guilherme Carpena Lopes**, que foi muito mais que um orientador: foi um mestre de verdade. Obrigado pelo incentivo e pelo acolhimento. Este trabalho não teria saído sem a sua participação. Muito Obrigado!

Ao **Prof. Élito Araújo**, um verdadeiro irmão. Muito obrigado pelos conselhos, pela orientação e pela amizade. O senhor é um grande homem.

Aos **Profs. Hamilton Pires Maia**, **Sylvio Monteiro Jr.**, **Luiz Narciso Baratieri**, **Mauro Amaral Caldeira de Andrada**, **Luiz Clóvis Cardoso Vieira**, **Gilberto Muller Arcari**, **Renata Gondo Machado**, **Jussara Karina Bernardon**, **Sheila Stolf** e **Beatriz Barros**. Muito obrigado pelo tempo dividido comigo, por compartilhar o melhor de vocês em forma de ensinamentos. Vocês são pessoas abençoadas.

Aos meus colegas de **turma Diogo, Gustavo, Carlo, Shizuma, Vanessa e Marceli**, que ajudaram estes anos de estudo e dedicação passarem com mais leveza. Obrigado por tudo, de coração.

Ao gênio e amigo **Dr. Fábio Andretti**, com quem sempre aprendo. Grande homem e um grande coração.

À equipe da Clínica Sorrir, **Dra. Patrícia Quaresma, Dr. Felipe Crevanzi Valiati, Dra. Caren Bueno de Oliveira San Tiago, Dra. Tamara Alves Piffer, Dra. Juliana Carolina de Campos Albino Alves, Anne Claudine Castanheira Corrêa, Dra. Marina Massolini**. Muito obrigado por me acolherem. Vocês são pessoas da melhor qualidade. Devo-lhes o que não posso pagar. Muito obrigado.

Ao meu time da Digitale Dental Solutions: **Gustavo Pires Salomon, Dalva Aparecida Lopes da Cunha, Douglas Rodrigues da Silva e Sananda Schuster Lucas**. Vocês tornam esta caminhada mais fácil. Obrigado por dividirem seus sonhos e seu tempo comigo.

Ao amigo e sócio **Dr. Júnio Santos Almeida e Silva**. Obrigado por dividir comigo o tempo e o trabalho. Obrigado pela dedicação aos nossos projetos conjuntos.

Ao **Dr. Eli José Cesconetto**, pelas oportunidades dadas e por tudo que me ensina sobre nossa profissão. Impossível contar a

história da Odontologia catarinense sem mencionar o seu nome.
Muito obrigado.

Ao matemático e estatístico **Prof. Jeovani Schmitt** pelo belo trabalho na parte estatística. Aprendi muito com o senhor.

Aos amigos **Jean Carlo Hoepfner e Roger Hoel Bello**, pela ajuda com a espectroscopia e com o ensaio de nanodureza. Obrigado pelo acolhimento, por dividir o conhecimento de vocês comigo, por estarem à disposição. Tenho vocês como verdadeiros amigos. Contem sempre comigo.

Ao **Prof. Dr. Sérgio Henrique Pezzin, Prof. Dr. Abel André Cândido Recco** e à **Universidade para o Desenvolvimento do Estado de Santa Catarina, UDESC**, campus Joinville, pelo acolhimento e boa vontade. Obrigado por estarem sempre dispostos a ajudar.

À **Universidade Federal de Santa Catarina** e ao **Departamento de Pós-Graduação em Odontologia**, por terem me acolhido todos estes anos.

À **Capes** pela bolsa de estudos, enquanto ela durou.

“Um homem vai para o conhecimento como vai para a guerra, bem alerta, com medo, com respeito e com uma segurança absoluta. (...) quando o homem preenche estes quatro requisitos, não há erros que ele tenha de explicar; (...) se um homem desses fracassar, ou sofrer uma derrota, terá perdido apenas uma batalha, e não haverá arrependimentos lamentáveis por isso”.

Carlos Castaneda em “A Erva do Diabo”, 1968

Resumo

Este estudo avaliou o grau de conversão (DC) pela técnica FTIR-ATR e a nanodureza pela técnica de Oliver e Pharr de um cimento resinoso de cura dual (RelyX Ultimate, 3M ESPE) fotoativado através de diferentes espessuras da resina nanocerâmica (NCR) LAVA Ultimate (3M ESPE) (0mm, 1mm, 2mm e 5mm), com diferentes tempos de fotoativação (20s e 40s) à uma irradiação constante de $1100\text{mW}/\text{cm}^2$, imediatamente após a fotoativação e após 24 horas. Os dados coletados foram analisados por uma análise de variância de 3 fatores para medidas repetidas e os efeitos das interações foram analisados pelo teste de Sidak. Para o DC, os resultados mostraram que todos os fatores influenciam significativamente ($p < 0,001$), sendo os maiores graus de conversão são obtidos após 24 horas ($p < 0,001$), com a menor espessura de NCR ($p < 0,001$) e fotoativação por 40s ($p < 0,001$). Também ficou constatada a interação dupla entre todos estes fatores ($p < 0,001$), mas o resultado da interação tripla foi não significativo ($p = 0,104$). Quanto à nanodureza, todos os fatores estudados influenciaram a nanodureza ($p < 0,001$), assim como a interação dupla entre eles ($p < 0,001$) e a interação tripla entre os fatores ($p < 0,001$).

Palavra-chave: Grau de conversão; Cimento resinoso; nanodureza; FTIR-ATR; fotoativação.

Abstract

This study evaluated the degree of conversion (DC) by FTIR-ATR technique and nanohardness by Oliver and Pharr technique of a dual cured resin cement (RelyX Ultimate, 3M ESPE) photoactivated through different thicknesses of nanoceramic resin (NCR) LAVA Ultimate (3M ESPE) (0 mm, 1 mm, 2 mm and 5 mm) with different curing times (20s and 40s) at a constant irradiation 1100mW / cm², immediately after curing and after 24 hours. The collected data was analyzed by 3-way ANOVA repeated measures and the effects of the interactions were analyzed by Sidak test. DC results were significant to all factors ($p < 0.001$), and the highest degrees of conversion are obtained after 24 hours ($p < 0.001$), low thickness NCR ($p < 0.001$) and 40 seconds light cure ($p < 0.001$). It was also found double interaction between all of these factors ($p < 0.001$), but the result of the triple interaction was not significant ($p = 0.104$). Nanohardness was influenced by all these factors ($p < 0.001$), as well as double interaction between them ($p < 0.001$) and triple interaction between factors ($p < 0.001$).

Keywords: Degree of conversion; Resin cement; nanohardness; FTIR-ATR; Light curing.

Sumário

Agradecimentos	7
Resumo.....	13
Abstract	15
Lista de Abreviaturas e Siglas	19
Lista de Figuras	21
Lista de Quadros e Tabelas.....	23
1. Introdução Estendida	25
2. Metodologia Estendida	30
2.1. Obtenção das fatias de NCR	30
2.2 Divisão dos grupos experimentais	31
2.2. Método de Confeção dos espécimes.....	32
3. Estatística	47
4. Resultados	48
4.1. Grau de conversão	48
4.2. Nanodureza	54
4.3 Espectro de Transmissão do Fotopolimerizador	64
5. Discussão	65
6. Conclusão	70
Referências.....	71
Anexo I.....	76
Anexo II.....	77

Lista de Abreviaturas e Siglas

DC	Grau de conversão
H	Nanodureza
E	Módulo de Elasticidade
FTIR	Fourier Transformed Infra-Red
ATR	Attenuated Total Reflectance
NCR	Resina Nano Cerâmica
mm	Milímetro
mW/cm ²	miliWatt por centímetro quadrado
s	Segundos
hs	Horas
cm	Centímetros
µm	Micrometros
abs	Absorção
Bis-GMA	Bisfenol Glicidil Dimetracrilato

Lista de Figuras

Figura 1:.....	35
Figura 2:.....	35
Figura 3:.....	35
Figura 4:.....	35
Figura 5:.....	36
Figura 6:.....	36
Figura 7:.....	36
Figura 8:.....	36
Figura 9:.....	37
Figura 10:.....	37
Figura 11:.....	37
Figura 12:.....	37
Figura 13:.....	38
Figura 14:.....	38
Figura 15:.....	38
Figura 16:.....	38
Figura 17:.....	39
Figura 18:.....	39
Figura 19:.....	42
Figura 20:.....	42
Figura 21:.....	43
Figura 22:.....	45

Figura 23:.....	45
Figura 24:.....	45
Figura 25:.....	47

Lista de Quadros e Tabelas

Tabela 1: Formação dos grupos experimentais a partir das variáveis (fatores) estudados.....	28
Tabela 2: Tabela da Análise de Variância do DC do cimento resinoso sob um material restaurador considerando tempo de observação (Fator 1), espessura do material (Fator 2) e ativação.....	36
Tabela 3: Comparação do DC do cimento resinoso sob um material restaurador analisando a espessura e o tempo de observação.....	37
Tabela 4: Comparação do DC do cimento resinoso sob um material restaurador analisando a espessura e o tempo de ativação.....	38
Tabela 5: Comparação do DC do cimento resinoso sob um material restaurador analisando o tempo de ativação e o tempo de ativação.....	39
Tabela 6: Tabela da Análise de Variância da nanodureza do cimento resinoso sob um material restaurador considerando tempo de observação (Fator 1), espessura do material (Fator 2) e ativação (Fator 3).....	42
Tabela 7: Comparação da nanodureza do cimento resinoso sob um material restaurador analisando a espessura e o tempo de observação.....	43
Tabela 8: Comparação da nanodureza do cimento resinoso fotoativado sob a resina nanocerâmica analisando-se a espessura e o tempo de ativação.....	44
Tabela 9: Comparação da nanodureza do cimento resinoso fotoativado sob a resina nanocerâmica, analisando-se o tempo de ativação e o tempo de ativação.....	45

Tabela 10: Interação tripla da nanodureza do cimento resinoso dual fotoativado através de uma NCR com os fatores ativação*espessura fixados.....47

Tabela 11: Interação tripla da nanodureza do cimento resinoso dual fotoativado através de uma NCR com os fatores ativação*tempo fixados.....48

Tabela 12: Interação tripla da nanodureza do cimento resinoso dual fotoativado através de uma NCR com os fatores tempo*espessura fixados.....49

1. Introdução Estendida

O grau de conversão (DC) e as propriedades mecânicas do cimento resinoso são fatores determinantes para o sucesso de restaurações indiretas.¹⁻⁴ Estes fatores costumam ser interdependentes porque um maior DC resulta em melhores propriedades mecânicas dos cimentos resinosos.^{4,5}

Para polímeros à base de metacrilatos, o DC é definido como a quantidade de ligações C=C dos grupos funcionais metacrilato presentes nos materiais resinosos que se converte em C-C durante a reação de polimerização.⁶ Este é um dos parâmetros utilizados para avaliação da eficiência da reação de polimerização e costuma ser aferido laboratorialmente através de algum tipo de espectroscopia.⁷⁻¹⁰ Há na literatura estudos que correlacionam o DC com outras propriedades dos compósitos poliméricos: resistência ao desgaste, liberação de monômeros residuais, contração volumétrica e especialmente com a dureza.¹¹⁻¹⁵ Por isso, uma outra maneira de realizar a verificação da eficiência da reação de polimerização dos materiais resinosos é através dos testes de dureza.^{2-4,16-17} Estes ensaios são de simples execução e as informações geradas são úteis no estudo dos materiais, sendo microdureza e nanodureza os mais realizados nos materiais dentários.¹⁷ Devido às reduzidas dimensões do indentador utilizado no ensaio de nanodureza, é possível a aferição de propriedades locais do material, enquanto o teste de microdureza

é indicado para aferir a dureza do cimento resinoso como um todo.¹⁷

A realização do teste de nanodureza consiste na medida do deslocamento de material da superfície do espécime em função da força aplicada por um indentador do tipo Berkovich. Esta metodologia permite não só a determinação da dureza (H) como também do módulo de elasticidade (E).

A técnica de nanoindentação instrumentada desenvolvida por Oliver & Pharr (1992)¹⁸ é amplamente utilizada nas ciências dos materiais. Ela foi elaborada a partir de diversos estudos prévios, que problematizavam sobre a geometria da ponta do nanoindentador do tipo Berkovich e a confiabilidade dos dados obtidos durante o descarregamento do nanoindentador após a aplicação das cargas. Os autores demonstraram que a utilização de um indentador com ponta de geometria parabólica ou cônica apresentou valores confiáveis quando da aferição do deslocamento de material durante a remoção da carga. O mesmo experimento ainda resolveu questões críticas para o método, tais como a medição da rigidez inicial do equipamento durante o processo de descarregamento, a determinação da forma da estrutura de sustentação e da função de área do diamante do indentador e por fim, da capacidade preditiva de resultados apresentados por este método. Estes fatores todos conjugados fazem com que este método dispense a necessidade de imagens para determinação das dimensões da indentação.¹⁸

Existem variáveis referentes ao agente cimentante que influenciam a reação de polimerização.⁶ Algumas delas são determinadas pelos fabricantes, como a quantidade e tipo de partículas de carga, a viscosidade do material, suas propriedades óticas, pigmentação e especialmente o sistema de fotoativação. Uma das classificações dos cimentos resinosos diz respeito ao início da reação: os cimentos resinosos podem ser quimicamente ativados, fotoativados ou duais. Enquanto a ativação química costuma acontecer a partir da interação de canforoquinona (iniciador) com uma amina terciária (ativador), nos cimentos fotoativados e duais, a reação é ativada a partir da interação de um fotoiniciador com a luz, desencadeando a reação de polimerização.⁶ Nestes casos, a luz que ativa a reação se torna uma das variáveis sob controle do profissional que determinam a eficácia da reação de polimerização. Isso é especialmente importante porque muitas situações clínicas exigem que o cimento resinoso seja fotoativado através de diferentes espessuras de material restaurador indireto. Sabe-se que este fato causa uma diminuição da irradiação que efetivamente chega ao cimento, modificando o seu DC, sua capacidade de adesão ao substrato dental e suas propriedades mecânicas.¹⁴

Dentre a ampla gama de materiais disponíveis para restaurações indiretas estão as resinas nanocerâmicas para CAD/CAM (NCR) que incorpora a tecnologia de nanopartículas e nanoagregados de sílica e zircônia à uma matriz resinosa à base de Bis-GMA altamente polimerizada por um processo industrial.⁵

Este material restaurador possui comportamento biomecânico mais parecido com a estrutura dental,¹⁹ o que ajuda a manter a integridade dos dentes antagonistas quando em função.¹⁹ As NCR possuem uma ampla gama de indicações, que vão desde a confecção de “facetas oclusais” (table tops), inlays, onlays, coroas e endocrowns, possibilitando o seu uso em diversas espessuras.²⁰ Ainda há pouca evidência na literatura dos efeitos da espessura da NCR na fotoativação do cimento resinoso dual. Awad et al, 2015 estudaram a transmissão de luz através de diversos materiais, entre eles, a NCR. O estudo teve como parâmetros a espessura do material e o tratamento de superfície. Os resultados mostraram que apenas entre 42% e 46% ultrapassam 1mm de NCR, dependendo da rugosidade do material, enquanto para 2mm de espessura, apenas entre 25% e 28% também em função da rugosidade superficial.³⁶ Güth et al, 2016 realizaram testes de transmissão de luz através de diversos materiais resinosos para CAD/CAM e mostraram que a transmitância no espectro da luz azul é ainda menor que em todo o espectro de luz visível.³⁵ Apenas 30% da luz azul (onde o pico de absorção da canforoquinona está situado) é capaz de ultrapassar 1mm de Lava Ultimate da cor A3.³⁵

Portanto, o objetivo desta tese foi determinar o DC e nanodureza de um cimento resinoso dual fotoativado por dois diferentes períodos de tempo através de três diferentes espessuras de uma NCR, imediatamente e após 24 horas da fotoativação. Também foi verificado o espectro de emissão de luz do aparelho fotopolimerizador utilizado no estudo. Os métodos

utilizados foram a espectroscopia de infra-vermelho com refletância total atenuada (ATR-FTIR) e teste de nanoindentação instrumentada pelo método de Oliver e Pharr, respectivamente para o grau de conversão e para a nanodureza. As hipóteses nulas testadas foram de que o DC e a nanodureza do cimento resinoso não são afetados pelo tempo de ativação, pela espessura do material restaurador e pelo tempo decorrido entre a medição imediatamente após a fotoativação e 24 horas. Também foi verificado o espectro de emissão de luz do aparelho fotopolimerizador utilizado no estudo, PolyWireless (Kavo, Joinville, Santa Catarina, Brasil).

2. Metodologia Estendida

Os materiais utilizados neste trabalho foram a NCR LAVA Ultimate (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA, lote N590540), cuja composição é 80% do peso em nanopartículas e nanoagregados de sílica e zircônica, com dimensões de 20-40nm e 20% do peso é uma matriz orgânica à base de Bis-GMA altamente polimerizada, cor LT A1. O cimento resinoso dual utilizado foi o RelyX Ultimate (3M Deutschland GmbH, Alemanha, lote 581853), da cor A1, cuja composição é dada por monômeros metacrílicos, fotoiniciadores, ativadores químicos, partículas de carga silanizadas, estabilizadores químicos e aditivos para melhorar as propriedades reológicas.

2.1. Obtenção das fatias de NCR

Cinco blocos de LAVA Ultimate da cor LT A1 e tamanho 14L (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, EUA, lote N590540) foram cortados com auxílio de uma serra de precisão (Isomet 1000, Buehler, Illinois, EUA) com um disco diamantado de forma a gerar três fatias: uma fatia de 5,2mm, uma de 2,2mm e outra de 1,2mm de espessura. Estas fatias foram polidas em ambas faces com auxílio de uma politriz (DP-10, Panambra, São Paulo, SP, Brasil) com uma lixa d'água de granulação 600, com fluxo de água contínuo até que atingissem as espessuras de 5,0mm, 2,0mm e 1,0mm, aferidas com paquímetro digital (Mitutoyo, Suzano, SP,

Brasil). Estas fatias foram utilizadas interpostas entre o cimento resinoso dual e a ponteira do fotopolimerizador para a confecção dos espécimes submetidos ao ensaio de nanodureza e à ATR-FTIR (Attenuated Total Reflectance - Fourier Transformed Infra-Red).

2.2 Divisão dos grupos experimentais

Os grupos foram divididos de acordo com a espessura do material interposto entre o cimento resinoso de cura dual e a ponta do fotopolimerizador, bem como o tempo de ativação (20s ou 40s). Cada grupo ainda sofreu a mensuração imediatamente e após 24 horas da polimerização. Os grupos formados a partir da interação destes fatores estão descritos na tabela abaixo:

Tabela 1: formação dos grupos experimentais a partir das variáveis (fatores) estudados.

Espessura e tempo de ativação	Nomes dos Grupos	
	Imediatamente	Após 24 horas
CONTROLE 20S	I_20s_0mm	A_20s_0mm
1MM 20S	I_20s_1mm	A_20s_1mm
2MM 20S	I_20s_2mm	A_20s_2mm
5MM 20S	I_20s_5mm	A_20s_5mm
CONTROLE 40S	I_40s_0mm	A_40s_0mm
1MM 40S	I_40s_1mm	A_40s_1mm
2MM 40S	I_40s_2mm	A_40s_2mm
5MM 40S	I_40s_5mm	A_40s_5mm

2.2. Método de Confeção dos espécimes

Para confecção dos espécimes, foi utilizado uma placa metálica de 1mm de espessura, com um orifício circular no centro, de 8mm de diâmetro. Ao todo, foram confeccionados 48 espécimes, sendo 40 utilizados para a espectroscopia e 8 submetidos ao teste de nanoindentação. Uma placa de vidro foi utilizada como anteparo para suportar o conjunto de itens utilizados na confecção de cada espécimes. Sobre a placa de vidro, foi colocada uma tira de poliéster, sobre a qual a placa metálica era posicionada de modo que seu orifício circular ficasse sobre a tira de poliéster. As pastas base e catalizadora do cimento resinoso dual RelyX Ultimate (3M ESPE) foram espatuladas conforme as instruções do fabricante sobre um bloco de papel, durante 10 segundos e o cimento resinoso já misturado era inserido no orifício da placa metálica com a ajuda de uma espátula, de modo a evitar a formação de bolhas. Sobre o cimento ainda não polimerizado, foi posicionada outra tira de poliéster, uma lamínula de microscópio e a fatia de resina nanocerâmica, na espessura correspondente ao grupo experimental que estava sendo confeccionado. Os grupos controle foram confeccionados sem a interposição da resina nanocerâmica. O aparelho fotopolimerizador (Poly Wireless, KaVo, Joinville, Brasil), com potência de 1100mW/cm² foi utilizado para fotoativar o cimento resinoso por 20 ou 40 segundos, de acordo com o grupo experimental. A potência do fotopolimerizador foi aferida antes da confecção de cada espécime com um radiômetro de cura

(Demetron, Kerr, Orange, CA, EUA) e a sua ponteira era colocada diretamente em contato com a resina nanocerâmica, no caso dos grupos experimentais, ou diretamente sobre a lamínula de microscópio, no caso dos grupos controle. A fotoativação foi realizada a uma temperatura ambiente constante de 23°C. Uma vez polimerizado, cada espécime era removido do orifício da placa metálica por meio da aplicação de pressão com um cabo de bisturi. Todos os espécimes foram manuseados com pinças clínicas, para evitar o contato direto com a mão do operador. Este método de confecção dos espécimes foi utilizado tanto para os espécimes submetidos à espectroscopia como para o teste de nanodureza.



Figura 1: Bloco de Lava Ultimate (3M ESPE) sendo cortado fatiado com o disco diamantado (Isomet 1000).



Figura 2: Fatia de Lava Ultimate na espessura de 5mm.



Figura 3: Fatia de Lava Ultimate na espessura de 2mm.



Figura 4: Fatia de Lava Ultimate na espessura de 1mm.



Figura 5: Lâmina de vidro de microscópio.

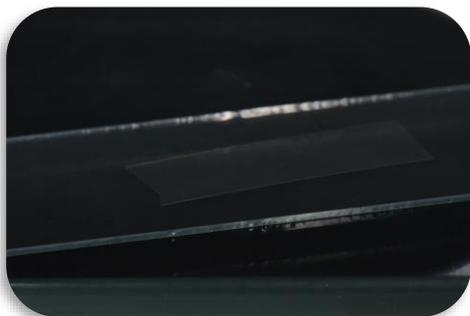


Figura 6: Tira de poliéster posicionada sobre a lâmina de vidro.

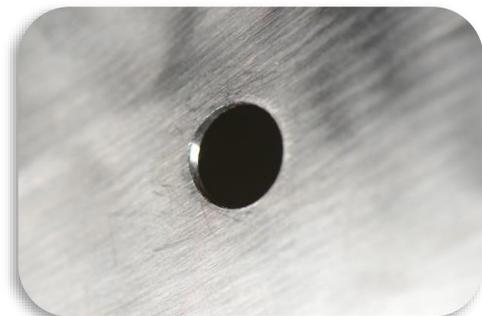


Figura 7: Placa metálica com a perfuração de 8mm de diâmetro e 1mm de espessura.



Figura 8: Placa metálica com a perfuração posicionada sobre a tira de poliéster.

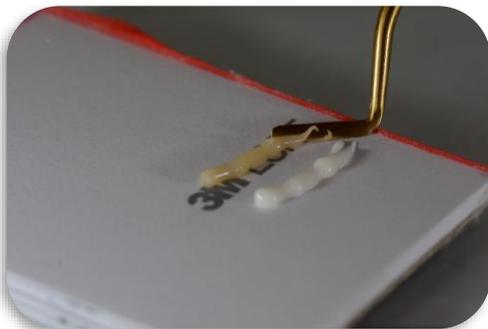


Figura 9: Cimento resinoso dual sendo espatulado por 10 segundos.



Figura 10: Inserção do cimento resinoso dual no orifício da placa metálica.

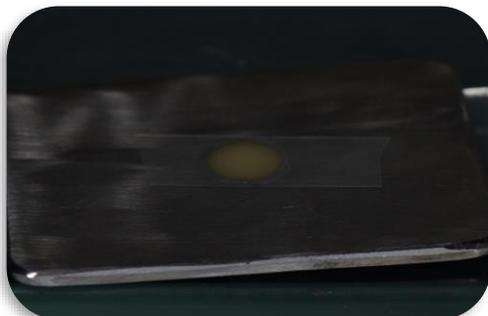


Figura 11: Tira de poliéster posicionada sobre o cimento resinoso dual espatulado.

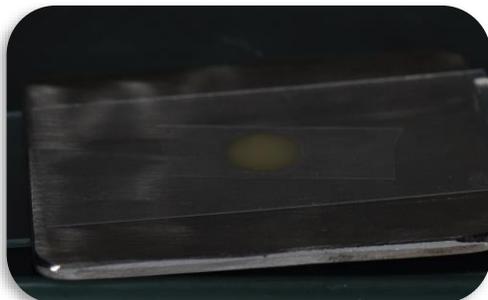


Figura 12: Lamínula de microscópio posicionada sobre a tira de poliéster.

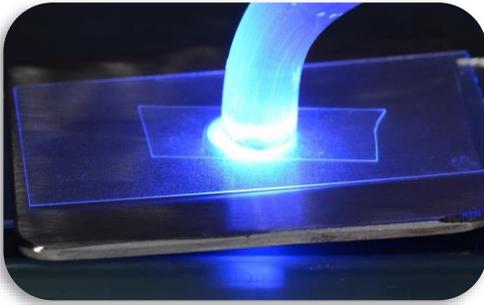


Figura 13: Os grupos controle foram fotoativados sem a interposição de NCR, por 20s ou por 40s

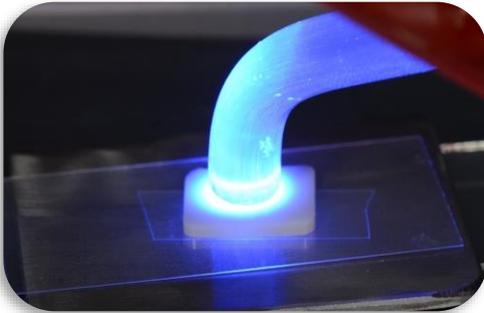


Figura 14: Fatia de 1mm de NCR interposta entre o fotopolimerizador e o cimento resinoso, durante a fotoativação por 20s ou 40s.

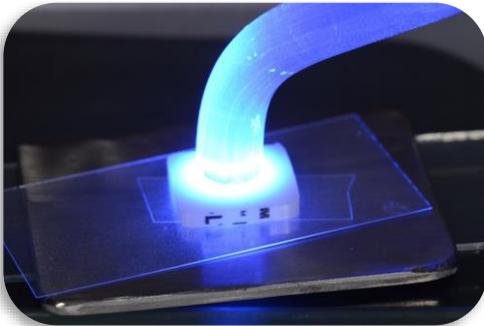


Figura 15: Fatia de 2mm de NCR interposta entre o fotopolimerizador e o cimento resinoso, durante a fotoativação por 20s ou 40s.

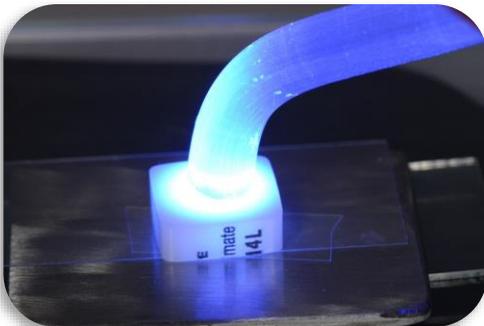


Figura 16: Fatia de 5mm de NCR interposta entre o fotopolimerizador e o cimento resinoso, durante a fotoativação por 20s ou 40s.



Figura 17: Radiômetro de cura Demetron, Kerr. Utilizado para aferição da potência do fotopolimerizador.

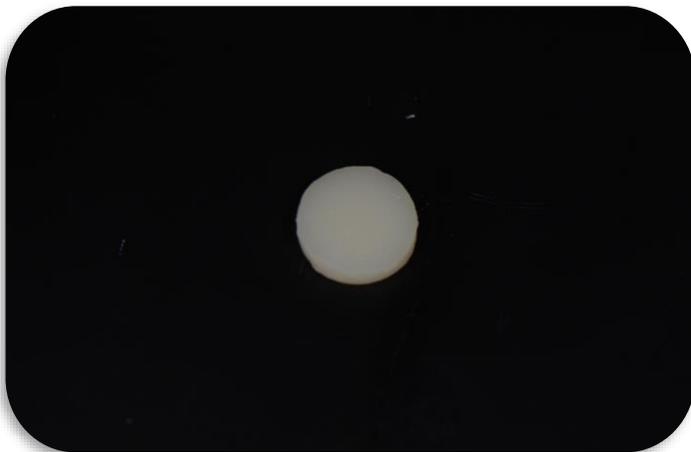


Figura 18: Espécime pronto para o teste.

2.3. Espectroscopia

Ao todo, oito grupos experimentais contendo 5 espécimes cada ($n=5$) foram submetidos à espectroscopia. Uma vez removidos da placa metálica por pressão, os espécimes eram apreendidos com uma pinça clínica e posicionados imediatamente sobre o módulo de ATR, centralizados sobre o orifício que contém o cristal por onde passa o feixe de infra-vermelho. A análise de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) com módulo de reflexão total atenuada (ATR) foi conduzida com a utilização de um aparelho Spectrum One B, da marca Perkin-Elmer, fabricado em Beaconsfield, Bacon, Inglaterra. Cada espécime foi submetida a 16 varreduras na região espectral de 4000 a 550 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} . Uma vez finalizada a obtenção dos dados, cada espécime era guardado em um pote de cor preta, opaco, fechado com uma tampa, protegido de luz e etiquetado com relação ao grupo experimental ao qual pertencia, aguardando nova espectroscopia, realizada após 24 horas. Uma porção de pasta base e catalizadora do cimento resinoso foi misturada por 10 segundos, da mesma forma que o cimento utilizado para confecção dos espécimes e dispensado sobre o módulo de ATR, para que fosse realizada a espectroscopia sem a fotoativação. Sobre esta porção do cimento resinoso não fotoativado, também foram realizadas 16 varreduras na região espectral de 4000 a 550 cm^{-1} . O DC foi calculado pela comparação das proporções de ligações alifáticas $C=C$, demonstrada pelo pico de 1638 cm^{-1} , com

a proporção de ligações aromáticas C=C, no pico de 1609cm⁻¹, antes e depois da fotoativação. O DC foi calculado conforme a fórmula:

(1)

$$DC(\%) = \left(1 - \frac{\left[\frac{\text{abs}(C = C \text{ alifático})}{\text{abs}(C = C \text{ aromático})} \right]_{\text{polimerizado}}}{\left[\frac{\text{abs}(C = C \text{ alifático})}{\text{abs}(C = C \text{ aromático})} \right]_{\text{sem polimerizar}}} \right) \times 100$$



Figura 19: Espectrômetro Spectrum One B, Perkin-Elmer, Inglaterra.



Figura 20: Módulo de ATR do Espectrômetro Spectrum One B, Perkin-Elmer, Inglaterra.

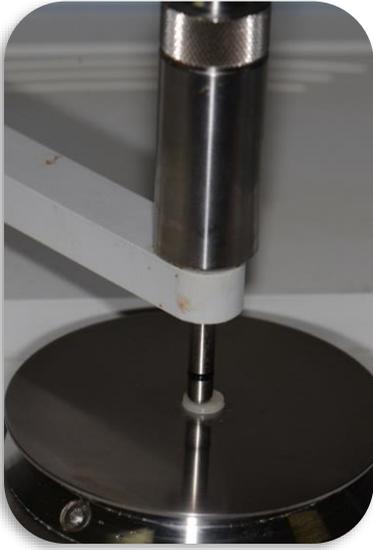


Figura 21: Espécime de cimento resinoso dual posicionada no módulo de ATR.

2.4. Nanodureza

Oito espécimes foram submetidos à nanoindentação instrumentada, utilizando o método de Oliver e Pharr.¹⁸ Os espécimes foram fixados com um adesivo à base de cianocrilato (Super Bonder) em uma base metálica, confeccionada para esta finalidade. O aparelho utilizado para o teste de nanodureza foi o modelo CETR UMT-2 (Bruker Nano Surfaces Division, Campbell, California, EUA) com uma ponta de diamante do tipo Berkovich. Cada espécime passou por 9 ciclos de 12 carregamentos e descarregamentos, com as cargas variáveis de 0,2; 0,4; 0,78; 1,56; 3,13; 6,25; 12,5; 25,0; 50,0; 100,0; 200,0 e 400,0 mN. O tempo de carregamento e descarregamento de cada carga foi de 15 segundos, isto é, a carga foi aplicada, mantida por 10 segundos constante e então, aliviada em 90% do seu valor inicial. Cada amostra passou por 9 destes ciclos de carregamento e descarregamento, distribuídos numa matriz 3x3, para se obter um resultado estatisticamente mais confiável. A distância entre cada indentação foi de 180µm. Uma vez realizado o teste, o espécime era guardado em um pote de cor preta, opaco, fechado com uma tampa, protegido de luz e etiquetado com relação ao grupo experimental ao qual pertencia, para aguardar o a repetição do teste após 24 horas.

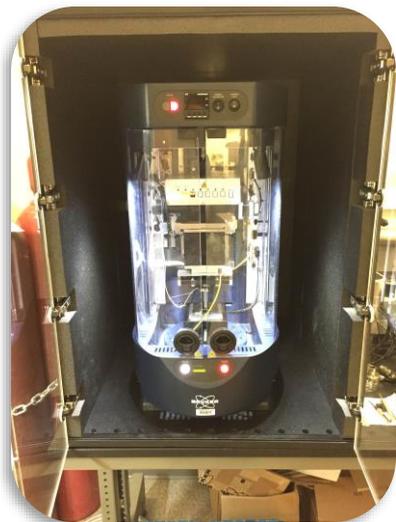


Figura 22: CETR-UMT 2 (Bruker Nano Surfaces Division, EUA).

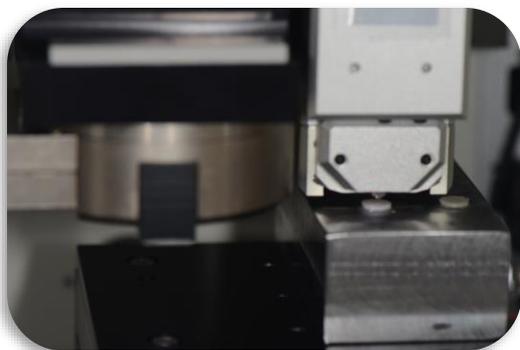


Figura 23: Espécime durante a nanoindentação instrumentada.



Figura 24: Espécimes colados à base metálica.

3.5. Espectro de Emissão o Fotopolimerizador

O espectro de emissão da luz do aparelho fotopolimerizador Poly Wireless (KaVo, Joinville, Brasil), utilizado neste estudo, foi aferido através do uso de um espectrômetro USB 2000+ (Ocean Optics, Dunedin, Florida, EUA) ligado a um detector Sony ILX511B (2048-element linear silicon CCD array). Sobre uma superfície, foram fixados o aparelho fotopolimerizador, uma superfície para reflexão da luz e o detector. Este *set-up* foi realizado de forma que houvesse uma triangulação da luz, que era emitida pelo fotopolimerizador, refletida pela superfície refletora e só então fosse captada pelo detector. Os dados obtidos foram utilizados na construção de um gráfico com auxílio do software Origin 15 (Northampton, Massachusetts, EUA).

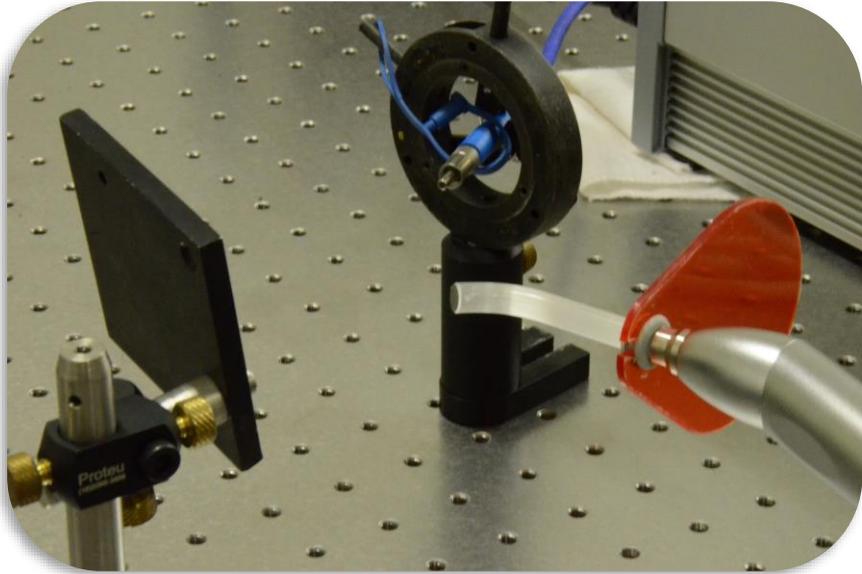


Figura 25: Fotopolimerizador, superfície reflexiva e detector Sony ILX511B, ligado ao espectrômetro SB2000, dispostos de forma a trianqular a luz.

3. Estatística

Os dados obtidos na espectroscopia e na nanodureza instrumentada foram tabulados e analisados no software SPSS 21.0 (IBM, Chicago, Illinois, EUA). O teste estatístico utilizado foi a análise de variância de medidas repetidas com 3 fatores (fotoativação, tempo e espessura) ($\alpha=0,05$) para ambos. Quando verificada interação entre os fatores, foi realizado o teste de comparações múltiplas de Sidak para averiguação das interações ($\alpha=0,05$).

4. Resultados

4.1. Grau de conversão

O resultado da ANOVA 3 para medidas repetidas, ao nível de significância de 5%, verificou que houve diferenças significativas nos efeitos duplos entre as variáveis: espessura*ativação ($p < 0,001$); espessura*tempo ($p < 0,001$) e ativação*tempo ($p < 0,001$). Entretanto, em relação à interação tripla (espessura*ativação*tempo), ao nível de significância de 5%, não foi constatada diferença estatisticamente significativa ($p = 0,104$) (Tabela 2).

Para verificar as diferenças entre os pares de médias foi utilizado o Teste de Sidak, considerando-se como 5% o nível de significância. A comparação dos grupos formados fixando-se os fatores espessura e tempo, temos que para as quatro espessuras estudadas, imediatamente após a fotoativação, há diferença entre todas elas. Já 24 horas após a fotoativação, não há diferença entre 1mm e 2mm (Tabela 3).

A comparação dos grupos formados fixando-se os fatores ativação e espessura mostra que para os espécimes ativados 20 segundos, somente os espécimes confeccionados utilizando 1mm e 2mm de material restaurador são iguais em relação ao DC. A mesma análise feita com os espécimes ativados 40s nos mostra

que houve diferença entre todas as espessuras estudadas (Tabela 4).

Fixando-se os fatores ativação e tempo para formação dos grupos, temos que todos os grupos ativados 20 segundos diferem dos grupos formados a partir da fotoativação de 40 segundos. Da mesma forma, todos os grupos avaliados imediatamente tiveram DC diferente dos grupos avaliados após 24 horas (Tabela 5).

Tabela 2 - Tabela da Análise de Variância do DC do cimento resinoso sob um material restaurador considerando tempo de observação (Fator 1), espessura do material (Fator 2) e ativação (Fator 3).

Fontes de variação	F	valor de p
tempo de observação (Fator 1)	362,27	< 0,001
espessura (Fator 2)	258,13	< 0,001
ativação (Fator 3)	301,33	< 0,001
interação espessura * tempo de observação	19,96	< 0,001
interação espessura * ativação	7,79	< 0,001
interação ativação * tempo de observação	81,47	< 0,001
interação tempo de observação * espessura * ativação	2,06	0,1043

Fonte: elaborado pelo autor a partir dos dados tratados no software SPSS

Tabela 3 - Comparação do DC (%) do cimento resinoso sob um material restaurador analisando a espessura e o tempo de observação. Desvio Padrão entre parênteses.

Tempo de observação	Espessura do material restaurador							
	0 mm		1 mm		2 mm		5 mm	
Imediato	54,15 ^{aA}	(13,69)	41,07 ^{bA}	(12,20)	32,69 ^{cA}	(12,83)	24,13 ^{dA}	(6,92)
24 h	61,57 ^{aB}	(23,84)	47,31 ^{bB}	(12,29)	50,07 ^{bB}	(11,45)	35,87 ^{cB}	(12,96)

* Letras minúsculas iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

** Letras maiúsculas iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

Tabela 4 - Comparação do DC (%) do cimento resinoso sob um material restaurador analisando a espessura e o tempo de ativação. Desvio Padrão entre parênteses.

Tempo de ativação	Espessura do material restaurador							
	0 mm		1 mm		2 mm		5 mm	
20 s	48,89 ^{aA}	(11,18)	37,93 ^{bA}	(7,82)	36,80 ^{bA}	(10,30)	25,04 ^{cA}	(6,84)
40 s	66,84 ^{aB}	(22,28)	50,40 ^{bB}	(13,44)	45,95 ^{cB}	(17,30)	34,96 ^{dB}	(13,76)

* Letras minúsculas iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

** Letras maiúsculas iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

Tabela 5 - Comparação do DC(%) do cimento resinoso sob um material restaurador analisando o tempo de ativação e o tempo de observação. Desvio Padrão entre parênteses.

Tempo de ativação	Tempo de observação			
	Imediato		24 h	
20 s	34,35 ^{aA}	(12,32)	39,98 ^{bA}	(12,01)
40 s	41,64 ^{aB}	(18,47)	57,43 ^{bB}	(19,46)

* Letras minúsculas iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

** Letras maiúsculas iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

4.2. Nanodureza

Para a nanodureza, o resultado da ANOVA 3 para medidas repetidas, ao nível de significância de 5%, mostrou que houve diferenças significativas para os efeitos duplos entre as variáveis espessura*ativação ($p < 0,001$); espessura*tempo ($p < 0,001$) e ativação*tempo ($p < 0,001$). Também houve diferenças estatisticamente significativas quando do estudo do efeito das interações triplas para os fatores espessura*ativação*tempo ($p < 0,001$) (Tabela 6)

Para verificar as diferenças entre os pares de médias foi utilizado o Teste de Sidak, considerando-se como 5% o nível de significância. A comparação dos grupos formados fixando-se os fatores espessura e tempo, temos que para as quatro espessuras estudadas, imediatamente após a fotoativação ($p < 0,001$), há diferença entre todas elas, assim como 24 horas após ($p < 0,001$) (Tabela 7).

A comparação dos grupos formados, fixando-se os fatores espessura e ativação, temos que, para as quatro espessuras estudadas, fotoativadas 20 segundos e 40 segundos, há diferença entre todas elas ($p < 0,001$ para todas as comparações), exceto os grupos de 2mm e 1mm fotoativados por 20 segundos ($p = 0,94$) e os grupos de 2mm e 1mm fotoativados por 40 segundos ($p = 0,805$) (Tabela 8).

Fixando-se os fatores ativação e tempo para formação dos grupos, temos que todos os grupos ativados 20 segundos diferem dos grupos formados a partir da fotoativação de 40 segundos ($p < 0,001$). Da mesma forma, todos os grupos avaliados imediatamente tiveram DC diferente dos grupos avaliados após 24 horas ($p < 0,001$) (Tabela 9).

Tabela 6 - Tabela da Análise de Variância da nanodureza do cimento resinoso sob um material restaurador considerando tempo de observação (Fator 1), espessura do material (Fator 2) e ativação (Fator 3).

Fontes de variação		valor de p
tempo de observação (Fator 1)	232,45	< 0,001
espessura (Fator 2)	792,50	< 0,001
ativação (Fator 3)	194,93	< 0,001
interação espessura * tempo de observação	42,41	< 0,001
interação espessura * ativação	24,40	< 0,001
interação ativação * tempo de observação	26,21	< 0,001
interação tempo de observação * espessura * ativação	12,12	<0,001

Fonte: elaborado pelo autor a partir dos dados tratados no software SPSS

Tabela 7 - Comparação da nanodureza (GPa) do cimento resinoso sob um material restaurador analisando a espessura e o tempo de observação. Desvio padrão entre parênteses.

Tempo de observação	Espessura do material restaurador							
	0 mm		1 mm		2 mm		5 mm	
Imediato	0,442 ^{aA}	(0,136)	0,310 ^{bA}	(0,122)	0,227 ^{cA}	(0,128)	0,020 ^{dA}	(0,012)
24 h	0,496 ^{aB}	(0,211)	0,344 ^{bB}	(0,098)	0,401 ^{cB}	(0,114)	0,064 ^{dB}	(0,025)

* Letras minúsculas iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

** Letras maiúsculas iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

Tabela 8 - Comparação da nanodureza do cimento resinoso fotoativado sob a resina nanocerâmica analisando-se a espessura e o tempo de ativação.

Tempo de ativação	Espessura do material restaurador							
	0 mm		1 mm		2 mm		5 mm	
20 s	0,389 ^{aA}	(0,112)	0,279 ^{bA}	(0,078)	0,268 ^{bA}	(0,103)	0,038 ^{cA}	(0,033)
40 s	0,549 ^{aB}	(0,198)	0,374 ^{bB}	(0,120)	0,360 ^{bB}	(0,173)	0,046 ^{cB}	(0,025)

* Letras minúsculas iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

** Letras maiúsculas iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

Tabela 9 - Comparação da nanodureza (GPa) do cimento resinoso fotoativado sob a resina nanocerâmica, analisando-se o tempo de ativação e o tempo de observação.

Tempo de ativação	Tempo de observação			
	Imediato		24 h	
20 s	0,216 ^{aA}	(0,152)	0,269 ^{bA}	(0,152)
40 s	0,281 ^{aB}	(0,216)	0,383 ^{bB}	(0,236)

* Letras minúsculas iguais nas linhas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

** Letras maiúsculas iguais nas colunas não diferem estatisticamente pelo teste de Sidak

Para as interações triplas, o teste de comparações múltiplas de Sidak ao nível de significância de 5%, fixando-se os fatores ativação*espessura e verificando as interações com o fator tempo, temos que, excetuando o grupo 20s_0mm ($p=0,452$) todos os grupos sofreram esta interação ($p<0,001$ para todos os grupos, exceto 20s_1mm com $p=0,036$; 40s_5mm com $p=0,015$ e 40s_1mm com $p=0,009$) (Tabela 10).

Quando fixamos as variáveis ativação*tempo para verificar as interações em função da variável espessura, temos que, excetuando os grupos A_20s_1mm e A_20s_2mm ($p=0,435$), todos os demais sofreram a interação ($p<0,001$, com exceção dos grupos I_20s_1mm e I_20s_2mm com $p=0,008$). (Tabela 11).

Ainda com respeito à interação tripla, quando fixamos as variáveis espessura*tempo para verificar as interações em função da variável ativação, temos que há interação para todas as comparações ($p<0,001$), exceto entre os grupos I_20s_5mm e I_40s_5mm ($p=0,277$); I_20s_2mm e I_40s_2mm ($p=0,098$) e A_20s_5mm e A_40s_5mm ($p=0,862$) (Tabela 12).

Tabela 10 - Interação tripla da nanodureza (GPa) do cimento resinoso dual fotoativado através de uma NCR com os fatores ativação*espessura fixados.

Ativação	Espessura	Tempo			
		Imediatamente		24hs	
20s	5mm	0,0112219 ^A	(0,0045)	0,0657634 ^B	(0,0279)
	2mm	0,2138191 ^A	(0,0879)	0,3221497 ^B	(0,0876)
	1mm	0,2643541 ^A	(0,0819)	0,2941446 ^B	(0,0718)
	0mm	0,3835187 ^A	(0,0783)	0,3942105 ^A	(0,1377)
40s	5mm	0,0283807 ^A	(0,0127)	0,062884 ^B	(0,0222)
	2mm	0,2399313 ^A	(0,1582)	0,4791508 ^B	(0,0790)
	1mm	0,355911 ^A	(0,1378)	0,3930581 ^B	(0,0978)
	0mm	0,4994975 ^A	(0,1573)	0,5975797 ^B	(0,2226)

* Letras maiúsculas iguais nas linhas, fixando-se os fatores ativação*espessura não diferem significativamente em função da variável tempo pelo teste de Sidak

Tabela 11 - Interação tripla da nanodureza do cimento resinoso dual fotoativado através de uma NCR com os fatores ativação*tempo fixados.

		5mm	2mm	1mm	0mm
		Média	Média	Média	Média
20s	Imediato	0,011222 ^A	0,213819 ^B	0,264354 ^B	0,383519 ^C
	24hs	0,065763 ^A	0,32215 ^B	0,294145 ^C	0,394211 ^D
40s	Imediato	0,028381 ^A	0,239931 ^B	0,355911 ^C	0,499498 ^D
	24hs	0,062884 ^A	0,479151 ^B	0,393058 ^C	0,59758 ^D

* Letras maiúsculas iguais nas linhas, fixando-se os fatores ativação*tempo não diferem significativamente em função da variável espessura pelo teste de Sidak

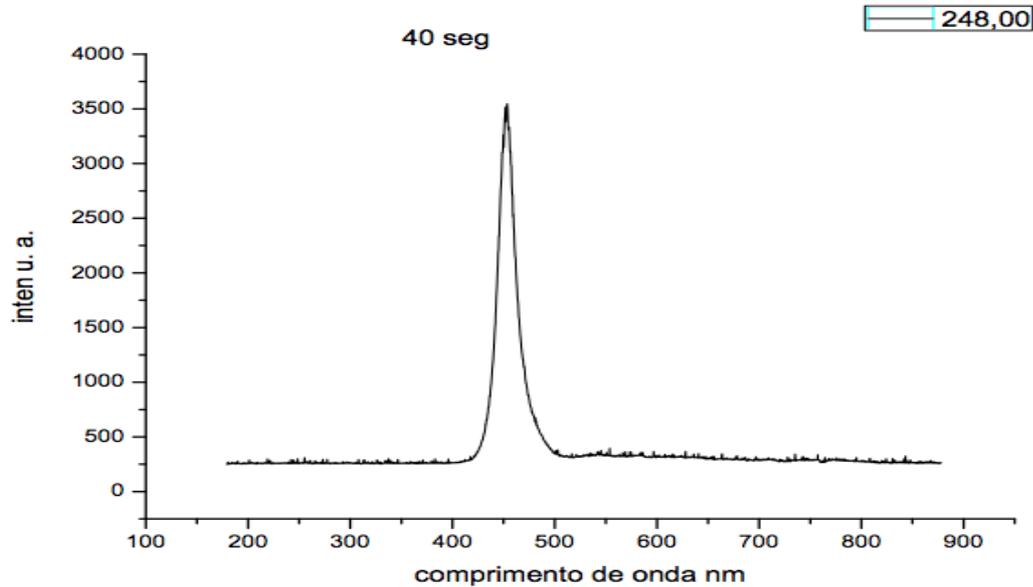
Tabela 12 - Interação tripla da nanodureza (GPa) do cimento resinoso dual fotoativado através de uma NCR com os fatores tempo*espessura fixados. Desvio Padrão entre parênteses.

			20s	40s
Tempo	Imediato	5mm	,0112219 ^A (0,0045)	,0283807 ^A (0,0127)
		2mm	,2138191 ^A (0,0879)	,2399313 ^A (0,1582)
		1mm	,2643541 ^A (0,0819)	,3559110 ^B (0,1378)
		0mm	,3835187 ^A (0,0783)	,4994975 ^B (0,1573)
	24hs	5mm	,0657634 ^A (0,0279)	,0628840 ^A (0,0222)
		2mm	,3221497 ^A (0,0876)	,4791508 ^B (0,0790)
		1mm	,2941446 ^A (0,0718)	,3930581 ^B (0,0978)
		0mm	,3942105 ^A (0,1377)	,5975797 ^B (0,2226)

* Letras maiúsculas iguais nas linhas, fixando-se os fatores tempo*espessura não diferem significativamente em função da variável ativação pelo teste de Sidak

4.3 Espectro de Transmissão do Fotopolimerizador

O gráfico a seguir foi montado a partir dos dados obtidos no experimento do espectro de emissão de luz do fotopolimerizador. A intensidade do pico é dada em unidades arbitrárias.



5. Discussão

Este estudo foi desenhado para simular a fotoativação de uma restauração indireta conforme ela ocorre na prática clínica. Conforme observado nos resultados, as hipóteses nulas foram rejeitadas, indicando que tanto o DC quanto a nanodureza do cimento resinoso dual foram afetados pela espessura do material restaurador, tempo de fotoativação, tanto imediatamente quanto após 24 horas. Os melhores valores para ambos parâmetros foram obtidos nos grupos com menor espessura de NCR, ativados por 40s e mensurados 24 horas após a ativação. Esta última variável, que denominamos “tempo”, é a variável independente que caracteriza a dependência das observações. Por isso o teste estatístico escolhido foi a ANOVA de três fatores para medidas repetidas. O estudo das interações foi feito utilizando teste de Sidak. Entretanto, as interações uma a uma tiveram que ser realizadas por sintaxes específicas dentro do software SPSS 21.0 (sintaxes disponíveis nos anexos I e II).

Quanto à espessura, os grupos que obtiveram os melhores resultados foram os grupos de controle, seguidos pelos de menos espessura de material restaurador. As espessuras avaliadas (1mm, 2mm e 5mm) foram escolhidas porque a NCR é utilizada para restaurações destas espessuras: desde 1mm para as facetas oclusais (table tops), quanto os 2mm de uma inlay ou onlay clássica e 5mm de uma mais profunda. Interessante notar que, no DC, não houve diferença significativa entre 1mm e 2mm quando

da fotoativação por 20 segundos. Entretanto, quando a fotoativação foi realizada por 40s o DC foi maior para a espessura de 1mm do que para 2mm. Os resultados mostraram também que após 24 horas, o DC do cimento sob 2mm de NCR passou a não diferir significativamente de 1mm, que era maior imediatamente após a ativação.

A outra variável que influenciou no DC e na nanodureza dos espécimes foi o período de fotoativação. Mesmo a potência do fotopolimerizador sendo $1100\text{mW}/\text{cm}^2$, dobrar o tempo de ativação melhorou o DC e as propriedades mecânicas do material. A fratura observada durante a remoção dos espécimes fotoativados por 20s abaixo de 5mm de NCR não foi observada quando o tempo de ativação foi de 40s. Tanto imediatamente quanto após 24 horas, os espécimes produzidos com 40s de fotoativação obtiveram maiores graus de conversão. Da mesma forma, comparando em cada espessura testada, a fotoativação por 40s, aumentou o de conversão significativamente em todas as comparações feitas.

Quanto ao teste de nanodureza, todos os três fatores estudados influenciaram significativamente o resultado. Os melhores resultados foram obtidos nos grupos de menor espessura de NCR, fotoativados por 40s com a mensuração feita após 24 horas.

Quanto à espessura, todas elas mostraram diferenças significativas, tanto imediatamente quanto após 24 horas. Para

todos os grupos, a mensuração realizada após 24 horas demonstrou um aumento da nanodureza. A interação entre espessura e período de fotoativação também foi positiva, exceto para os grupos de 1mm e 2mm fotoativados por 20s, que não tiveram diferença significativa, e os grupos 1mm e 2mm fotoativados por 40s, que também não tiveram diferença significativa. Quando cruzamos os dados do DC com os de nanodureza, encontramos diferença nos resultados de que fatores possuem diferença significativa ou não. Isso pode ser explicado pela quantidade de ligações cruzadas, que assim como o DC, é um fator determinante das propriedades mecânicas dos polímeros.²¹⁻²³ Há estudos mostrando a lei da reciprocidade nem sempre é válida e que as ativações por mais tempo produzem reações de polimerização mais eficientes, mesmo quando se usa uma irradiância menor, sendo recomendado dobrar o tempo de fotoativação sugerido pelo fabricante.²⁴

Não há na literatura um valor de referência para o DC mínimo que um cimento resinoso deva ter para que suas propriedades mecânicas se tornem adequadas para o uso clínico. Durante a execução deste experimento, foi notado no grupo experimental fotoativado por 20s, sob 5mm de NCR, a fratura nas amostras quando da remoção da matriz metálica. Esta fratura não inviabilizou a realização deste grupo porque tanto o FTIR-ATR quando a nanoindentação necessitam de áreas reduzidas para sua realização. O critério adotado para a exclusão do espécime fraturado foi a integridade do centro geométrico, que foi a área

utilizada nos testes. Embora não tenha sido objetivo do trabalho, este achado suscita questões relevantes clinicamente. Uma delas é sobre qual efeito o acabamento imediato das margens da restauração tem sobre a integridade da mesma. Em restauração que envolva a face proximal, por exemplo, a distância entre a ponta do fotopolimerizador e a margem do cimento resinoso pode estar a 5mm ou mais de distância. Visto que é usual a remoção dos excessos grosseiros de cimento com lâminas de bisturi, sonda exploradora ou outro instrumento, existe a possibilidade de comprometer mecanicamente a margem da restauração, caso um adequado DC do cimento resinoso não tenha sido atingido. Braga et al (2002) avaliaram o DC e a resistência ao desgaste de dois cimentos resinosos nos modos de cura dual e químico e compararam com um cimento de ionômero de vidro modificado por resina (CIVMR)²⁵. Neste estudo in vitro, o CIVMR obteve melhores resultados que os cimentos resinosos testados, que não apresentaram diferença significativa entre a cura dual e química na resistência ao desgaste e nem no DC. Entretanto, o DC obtido foi da ordem de 70%. O resultado dos grupos mais críticos que encontramos ao realizar este experimento foi de 24%, o que é uma diferença considerável.

A relação entre as propriedades mecânicas dos compósitos e o DC estão bem estabelecidas na literatura.²⁶⁻²⁹ Da mesma forma, existem fatores relacionados ao aparelho de fotopolimerização que podem influenciar no DC.³⁰⁻³⁴

Não sabemos se os corpos de prova seriam fraturados caso a remoção do molde metálico tivesse ocorrido 24hs após a fotoativação. Após 24 horas, o valor do DC e da nanodureza dos espécimes ativados por 20 segundos sob 5mm de NCR foram superiores ao dos grupos ativados 40s sob a mesma espessura do material imediatamente, nos quais não houve a fratura dos espécimes. Por isso, há a possibilidade de que aguardando 24 horas para realização dos acabamentos, a chance de comprometer a integridade da interface da restauração seja reduzida. A relação entre as propriedades mecânicas dos compósitos e o DC estão bem estabelecidas na literatura.²⁶⁻²⁹ Existem fatores relacionados ao aparelho de fotopolimerização que podem influenciar no DC.³⁰⁻³⁴

Existem outros fatores relacionados ao sucesso de restaurações indiretas que estão relacionadas ao DC do cimento resinoso, como a estabilidade de cor. Para obtermos uma resposta definitiva neste assunto, são necessários mais estudos com este objeto de pesquisa. Para obtermos uma resposta definitiva neste assunto, são necessários mais estudos com este objeto de pesquisa.

6. Conclusão

Dentro das limitações deste estudo, observou-se que todos os fatores estudados influenciam significativamente o DC e a nanodureza do cimento resinoso de cura dual. Os melhores resultados foram obtidos nas menores espessuras, fotoativadas por 40s medidos 24 horas após a ativação. Como a profundidade da cavidade é determinada pela extensão da lesão a ser restaurada, o fator que o dentista melhor pode controlar dentre estes estudados é o período de fotoativação. A fotoativação por 40 segundos ofereceu melhores resultados, tanto imediatamente quanto após 24 horas, em todas as situações avaliadas.

Referências

1: Moraes RR, Correr-Sobrinho L, Sinhoretto MA, Puppini-Rontani RM, Ogliari FA, Piva E. Light-activation of resin cement through ceramic: relationship between irradiance intensity and bond strength to dentin. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater*. 2008 Apr;85(1):160-5.

2: Flury S, Lussi A, Hickel R, Ilie N. Light curing through glass ceramics: effect of curing mode on micromechanical properties of dual-curing resin cements. *Clin Oral Investig*. 2014 Apr;18(3):809-18.

3: Gregor L, Bouillaguet S, Onisor I, Ardu S, Krejci I, Rocca GT. Microhardness of light- and dual-polymerizable luting resins polymerized through 7.5-mm-thick endocrowns. *J Prosthet Dent*. 2014 Oct;112(4):942-8.

4: Erickson RL, Barkmeier WW, Halvorson RH. Curing characteristics of a composite - part 1: cure depth relationship to conversion, hardness and radiant exposure. *Dent Mater*. 2014 Jun;30(6):125-33.

5: Lührs AK, De Munck J, Geurtsen W, Van Meerbeek B. Composite cements benefit from light-curing. *Dent Mater*. 2014 Mar;30(3):292-301.

6: Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental composite technology and curing efficiency. *Dent Mater*. 2013 Feb;29(2):139-56

7: Ferracane JL, Greener EH. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in unfilled resins--methods comparison. *J Dent Res*. 1984 Aug;63(8):1093-5.

8: Pianelli C, Devaux J, Bebelman S, Leloup G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of

conversion of light-activated composite resins. *J Biomed Mater Res.* 1999;48(5):675-81.

9: Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. *Dent Mater.* 2003 Jun;19(4):327-33.

10: Stansbury JW, Dickens SH. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. *Dent Mater.* 2001 Jan;17(1):71-9.

11: Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res.* 1986 Jan;20(1):121-31.

12: Li J, Li H, Fok AS, Watts DC. Multiple correlations of material parameters of light-cured dental composites. *Dent Mater.* 2009 Jul;25(7):829-36.

13: Dewaele M, Truffier-Boutry D, Devaux J, Leloup G. Volume contraction in photocured dental resins: the shrinkage-conversion relationship revisited. *Dent Mater.* 2006 Apr;22(4):359-65.

14: Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *J Dent Res.* 1997 Aug;76(8):1508-16.

15: Ferracane JL. Elution of leachable components from composites. *J Oral Rehabil.* 1994 Jul;21(4):441-52.

16: Catelan A, Pollard T, Bedran-Russo A, Santos PD, Ambrosano G, Aguiar F. Light-curing time and aging effects on the nanomechanical properties of methacrylate- and silorane-based restorations. *Oper Dent.* 2014 Jul-Aug;39(4):389-97.

17: El-Safty S, Akhtar R, Silikas N, Watts DC. Nanomechanical properties of dental resin-composites. *Dent Mater.* 2012 Dec;28(12):1292-300.

18: Oliver WC, Pharr GM. An improved technique for determining hardness and elastic modulus using load and displacement sensing indentation experiments. *J. Mater. Res.* 1992. Jun;7(6):1564-1583.

19: Dupriez ND, von Koeckritz AK, Kunzelmann KH. A comparative study of sliding wear of nonmetallic dental restorative materials with emphasis on micromechanical wear mechanisms. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater.* 2015 May;103(4):925-34.

20: Chen C, Trindade FZ, de Jager N, Kleverlaan CJ, Feilzer AJ. The fracture resistance of a CAD/CAM Resin Nano Ceramic (RNC) and a CAD ceramic at different thicknesses. *Dent Mater.* 2014 Sep;30(9):954-62.

21: Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent.* 2004 May;32(4):321-6.

22: da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, de Araújo Lima Barcellos A, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. *J Mater Sci Mater Med.* 2008 Mar;19(3):1027-32.

23: Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci.* 2009 Aug;117(4):442-6.

24: Feng L, Carvalho R, Suh BI. Insufficient cure under the condition of high irradiance and short irradiation time. *Dent Mater.* 2009 Mar;25(3):283-9.

25: Braga RR, Condon JR, Ferracane JL. In vitro wear simulation measurements of composite versus resin-modified

glass ionomer luting cements for all-ceramic restorations. *J Esthet Restor Dent*. 2002;14(6):368-76.

26: Archegas LR, de Menezes Caldas DB, Rached rN, Soares P, Souza EM. Effect of ceramic veneer opacity and exposure time on the polymerization efficiency of resin cements. *Oper Dent*. 2012 May-Jun;37(3):281-9.

27: Calgaro PA, Furuse AY, Correr GM, Ornaghi BP, Gonzaga CC. Influence of the interposition of ceramic spacers on the degree of conversion and the hardness of resin cements. *Braz Oral Res*. 2013 Sep-Oct;27(5):403-9.

28: Sato M, Fujishima A, Shibata Y, Miyazaki T, Inoue M. Nanoindentation tests to assess polymerization of resin-based luting cement. *Dent Mater*. 2014 Sep;30(9):1021-8.

29: Lopes Cde C, Rodrigues RB, Silva AL, Simamoto Júnior PC, Soares CJ, Novais VR. Degree of Conversion and Mechanical Properties of Resin Cements Cured Through Different All-Ceramic Systems. *Braz Dent J*. 2015 Oct;26(5):484-9.

30: Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Sullivan B, Kostylev I, Fahey J. Correlation between the beam profile from a curing light and the microhardness of four resins. *Dent Mater*. 2014 Dec;30(12):1345-57.

31: Haenel T, Hausnerová B, Steinhaus J, Price RB, Sullivan B, Moeginger B. Effect of the irradiance distribution from light curing units on the local micro-hardness of the surface of dental resins. *Dent Mater*. 2015 Feb;31(2):93-104.

32: Yoshida K, Meng X. Influence of light-exposure methods and depths of cavity on the microhardness of dual-cured core build-up resin composites. *J Appl Oral Sci*. 2014 Jan-Feb;22(1):44-51.

33: Platt JA, Price RB. Light curing explored in Halifax. Oper Dent. 2014 Nov-Dec;39(6):561-3.

34: Michaud PL, Price RB, Labrie D, Rueggeberg FA, Sullivan B. Localised irradiance distribution found in dental light curing units. J Dent. 2014 Feb;42(2):129-39.

35: Güth JF, Kauling AE, Ueda K, Florian B, Stimmelmayer M. Transmission of light in the visible spectrum (400-700 nm) and blue spectrum (360-540 nm) through CAD/CAM polymers. Clin Oral Investig. 2016 Feb 26.

36: Awad D, Stawarczyk B, Liebermann A, Ilie N. Translucency of esthetic dental restorative CAD/CAM materials and composite resins with respect to thickness and surface roughness. J Prosthet Dent. 2015 Jun;113(6):534-40.

Anexo I

Sintaxe utilizada no Software SPSS 21.0 para averiguação os efeitos duplos no grau de conversão:

```
DATASET ACTIVATE Conjunto_de_dados1.
```

```
GLM tempo1 tempo2 BY Espessura Ativação
```

```
  /WSFACTOR=tempo 2 Polynomial
```

```
  /METHOD=SSTYPE(3)
```

```
  /PLOT=PROFILE(tempo*Espessura*Ativação)
```

```
  /EMMEANS=TABLES(Espessura*tempo) comp (Espessura) adj  
(Sidak)
```

```
  /EMMEANS=TABLES(Espessura*tempo) comp (tempo) adj  
(Sidak)
```

```
  /EMMEANS=TABLES(Espessura*Ativação) comp (Ativação) adj  
(Sidak)
```

```
  /EMMEANS=TABLES(Espessura*Ativação) comp (Espessura) adj  
(Sidak)
```

```
  /EMMEANS=TABLES(Ativação*tempo) comp (Ativação) adj  
(Sidak)
```

```
  /EMMEANS=TABLES(Ativação*tempo) comp (tempo) adj (Sidak)
```

```
  /CRITERIA=ALPHA(.05)
```

```
  /WSDESIGN=tempo
```

```
  /DESIGN=Espessura Ativação Espessura*Ativação.
```

Anexo II

Sintaxe utilizada no Software SPSS 21.0 para averiguação os efeitos duplos e triplo na nanodureza:

```
DATASET ACTIVATE Conjunto_de_dados1.
```

```
GLM tempo1 tempo2 BY Espessura Ativação
```

```
/WSFACTOR=tempo 2 Polynomial
```

```
/METHOD=SSTYPE(3)
```

```
/PLOT=PROFILE(tempo*Espessura*Ativação)
```

```
/EMMEANS=TABLES(Espessura*tempo) comp (Espessura) adj  
(Sidak)
```

```
/EMMEANS=TABLES(Espessura*tempo) comp (tempo) adj  
(Sidak)
```

```
/EMMEANS=TABLES(Espessura*Ativação) comp (Ativação) adj  
(Sidak)
```

```
/EMMEANS=TABLES(Espessura*Ativação) comp (Espessura) adj  
(Sidak)
```

```
/EMMEANS=TABLES(Ativação*tempo) comp (Ativação) adj  
(Sidak)
```

```
/EMMEANS=TABLES(Ativação*tempo) comp (tempo) adj (Sidak)
```

```
/CRITERIA=ALPHA(.05)
```

```
/WSDESIGN=tempo
```

```
/DESIGN=Espessura Ativação Espessura*Ativação.
```