

Tiago Norões Gomes

Resistência de união da **Interface Adesiva**



à microtração usando adesivos experimentais
com diferentes **sistemas fotoiniciadores**
e co-iniciadores

 **Atena**
Editora
Ano 2024

Tiago Norões Gomes

Resistência de união da **Interface Adesiva**



à microtração usando adesivos experimentais
com diferentes **sistemas fotoiniciadores**
e co-iniciadores

 **Atena**
Editora
Ano 2024

Editora chefe

Profª Drª Antonella Carvalho de Oliveira

Editora executiva

Natalia Oliveira

Assistente editorial

Flávia Roberta Barão

Bibliotecária

Janaina Ramos

Projeto gráfico

Ellen Andressa Kubisty

Luiza Alves Batista

Nataly Evilin Gayde

Thamires Camili Gayde

Imagens da capa

iStock

Edição de arte

Luiza Alves Batista

2024 by Atena Editora

Copyright © Atena Editora

Copyright do texto © 2024 O autor

Copyright da edição © 2024 Atena

Editora

Direitos para esta edição cedidos à Atena Editora pelo autor.

Open access publication by Atena

Editora



Todo o conteúdo deste livro está licenciado sob uma Licença de Atribuição *Creative Commons*. Atribuição-Não-Comercial-NãoDerivativos 4.0 Internacional (CC BY-NC-ND 4.0).

O conteúdo do texto e seus dados em sua forma, correção e confiabilidade são de responsabilidade exclusiva do autor, inclusive não representam necessariamente a posição oficial da Atena Editora. Permitido o *download* da obra e o compartilhamento desde que sejam atribuídos créditos ao autor, mas sem a possibilidade de alterá-la de nenhuma forma ou utilizá-la para fins comerciais.

Todos os manuscritos foram previamente submetidos à avaliação cega pelos pares, membros do Conselho Editorial desta Editora, tendo sido aprovados para a publicação com base em critérios de neutralidade e imparcialidade acadêmica.

A Atena Editora é comprometida em garantir a integridade editorial em todas as etapas do processo de publicação, evitando plágio, dados ou resultados fraudulentos e impedindo que interesses financeiros comprometam os padrões éticos da publicação. Situações suspeitas de má conduta científica serão investigadas sob o mais alto padrão de rigor acadêmico e ético.

Conselho Editorial

Ciências Biológicas e da Saúde

Profª Drª Aline Silva da Fonte Santa Rosa de Oliveira – Hospital Federal de Bonsucesso

Profª Drª Ana Beatriz Duarte Vieira – Universidade de Brasília

Profª Drª Ana Paula Peron – Universidade Tecnológica Federal do Paraná

Prof. Dr. André Ribeiro da Silva – Universidade de Brasília

Profª Drª Anelise Levay Murari – Universidade Federal de Pelotas

Prof. Dr. Benedito Rodrigues da Silva Neto – Universidade Federal de Goiás

Prof. Dr. Bruno Edson Chaves – Universidade Estadual do Ceará
 Profª Drª Camila Pereira – Universidade Estadual de Londrina
 Prof. Dr. Cirênio de Almeida Barbosa – Universidade Federal de Ouro Preto
 Prof. Dr. Cláudio José de Souza – Universidade Federal Fluminense
 Profª Drª Daniela Reis Joaquim de Freitas – Universidade Federal do Piauí
 Profª Drª Danyelle Andrade Mota – Universidade Tiradentes
 Prof. Dr. Davi Oliveira Bizerril – Universidade de Fortaleza
 Profª Drª. Dayane de Melo Barros – Universidade Federal de Pernambuco
 Profª Drª Débora Luana Ribeiro Pessoa – Universidade Federal do Maranhão
 Prof. Dr. Douglas Siqueira de Almeida Chaves – Universidade Federal Rural do Rio de Janeiro
 Profª Drª Elane Schwinden Prudêncio – Universidade Federal de Santa Catarina
 Profª Drª Eleuza Rodrigues Machado – Faculdade Anhanguera de Brasília
 Profª Drª Elizabeth Cordeiro Fernandes – Faculdade Integrada Medicina
 Profª Drª Eysler Gonçalves Maia Brasil – Universidade da Integração Internacional da Lusofonia Afro-Brasileira
 Prof. Dr. Ferlando Lima Santos – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia
 Profª Drª Fernanda Miguel de Andrade – Universidade Federal de Pernambuco
 Profª Drª Fernanda Miguel de Andrade – Universidade Federal de Pernambuco
 Prof. Dr. Fernando Mendes – Instituto Politécnico de Coimbra – Escola Superior de Saúde de Coimbra
 Profª Drª Gabriela Vieira do Amaral – Universidade de Vassouras
 Prof. Dr. Gianfábio Pimentel Franco – Universidade Federal de Santa Maria
 Prof. Dr. Guillermo Alberto López – Instituto Federal da Bahia
 Prof. Dr. Helio Franklin Rodrigues de Almeida – Universidade Federal de Rondônia
 Profª Drª Iara Lúcia Tescarollo – Universidade São Francisco
 Prof. Dr. Igor Luiz Vieira de Lima Santos – Universidade Federal de Campina Grande
 Prof. Dr. Jefferson Thiago Souza – Universidade Estadual do Ceará
 Prof. Dr. Jesus Rodrigues Lemos – Universidade Federal do Delta do Parnaíba – UFDPAr
 Prof. Dr. Jônatas de França Barros – Universidade Federal do Rio Grande do Norte
 Prof. Dr. José Aderval Aragão – Universidade Federal de Sergipe
 Prof. Dr. José Max Barbosa de Oliveira Junior – Universidade Federal do Oeste do Pará
 Profª Drª Juliana Santana de Curcio – Universidade Federal de Goiás
 Profª Drª Kelly Lopes de Araujo Appel – Universidade para o Desenvolvimento do Estado e da Região do Pantanal
 Profª Drª Larissa Maranhão Dias – Instituto Federal do Amapá
 Profª Drª Larissa Maranhão Dias – Instituto Federal do Amapá
 Profª Drª Livia do Carmo Silva – Universidade Federal de Goiás
 Profª Drª Luciana Martins Zuliani – Pontifícia Universidade Católica de Goiás
 Prof. Dr. Luís Paulo Souza e Souza – Universidade Federal do Amazonas
 Profª Drª Magnólia de Araújo Campos – Universidade Federal de Campina Grande

Prof. Dr. Marcus Fernando da Silva Praxedes – Universidade Federal do Recôncavo da Bahia

Profª Drª Maria Tatiane Gonçalves Sá – Universidade do Estado do Pará

Prof. Dr. Maurilio Antonio Varavallo – Universidade Federal do Tocantins

Prof. Dr. Max da Silva Ferreira – Universidade do Grande Rio

Profª Drª Mylena Andréa Oliveira Torres – Universidade Ceuma

Profª Drª Natiéli Piovesan – Instituto Federal do Rio Grande do Norte

Prof. Dr. Paulo Inada – Universidade Estadual de Maringá

Prof. Dr. Rafael Henrique Silva – Hospital Universitário da Universidade Federal da Grande Dourados

Profª Drª Regiane Luz Carvalho – Centro Universitário das Faculdades Associadas de Ensino

Profª Drª Renata Mendes de Freitas – Universidade Federal de Juiz de Fora

Prof. Dr. Renato Faria da Gama – Universidade Estadual do Norte Fluminense Darcy Ribeiro

Profª Drª Sheyla Mara Silva de Oliveira – Universidade do Estado do Pará

Profª Drª Suely Lopes de Azevedo – Universidade Federal Fluminense

Profª Drª Taísa Ceratti Treptow – Universidade Federal de Santa Maria

Profª Drª Thais Fernanda Tortorelli Zarili – Universidade Estadual do Oeste do Paraná

Profª Drª Vanessa Bordin Viera – Universidade Federal de Campina Grande

Profª Drª Vanessa da Fontoura Custódio Monteiro – Universidade Federal de Itajubá

Profª Drª Vanessa Lima Gonçalves – Universidade Estadual de Ponta Grossa

Profª Drª Welma Emidio da Silva – Universidade Federal Rural de Pernambuco

Resistência de união da interface adesiva à microtração usando adesivos experimentais com diferentes sistemas fotoiniciadores e co-iniciadores

Diagramação: Ellen Andressa Kubisty
Correção: Maiara Ferreira
Indexação: Amanda Kelly da Costa Veiga
Revisão: O autor
Autor: Tiago Norões Gomes

Dados Internacionais de Catalogação na Publicação (CIP)	
G633	<p>Gomes, Tiago Norões Resistência de união da interface adesiva à microtração usando adesivos experimentais com diferentes sistemas fotoiniciadores e co-iniciadores / Tiago Norões Gomes. – Ponta Grossa - PR: Atena, 2024.</p> <p>Formato: PDF Requisitos de sistema: Adobe Acrobat Reader Modo de acesso: World Wide Web Inclui bibliografia ISBN 978-65-258-2800-8 DOI: https://doi.org/10.22533/at.ed.008242709</p> <p>1. Materiais e técnicas de restauração dentária. I. Gomes, Tiago Norões. II. Título.</p> <p style="text-align: right;">CDD 617.695</p>
Elaborado por Bibliotecária Janaina Ramos – CRB-8/9166	

Atena Editora
 Ponta Grossa – Paraná – Brasil
 Telefone: +55 (42) 3323-5493
www.atenaeditora.com.br
contato@atenaeditora.com.br

DECLARAÇÃO DO AUTOR

O autor desta obra: 1. Atesta não possuir qualquer interesse comercial que constitua um conflito de interesses em relação ao conteúdo publicado; 2. Declara que participou ativamente da construção dos respectivos manuscritos, preferencialmente na: a) Concepção do estudo, e/ou aquisição de dados, e/ou análise e interpretação de dados; b) Elaboração do artigo ou revisão com vistas a tornar o material intelectualmente relevante; c) Aprovação final do manuscrito para submissão.; 3. Certifica que o texto publicado está completamente isento de dados e/ou resultados fraudulentos; 4. Confirma a citação e a referência correta de todos os dados e de interpretações de dados de outras pesquisas; 5. Reconhece ter informado todas as fontes de financiamento recebidas para a consecução da pesquisa; 6. Autoriza a edição da obra, que incluem os registros de ficha catalográfica, ISBN, DOI e demais indexadores, projeto visual e criação de capa, diagramação de miolo, assim como lançamento e divulgação da mesma conforme critérios da Atena Editora.

DECLARAÇÃO DA EDITORA

A Atena Editora declara, para os devidos fins de direito, que: 1. A presente publicação constitui apenas transferência temporária dos direitos autorais, direito sobre a publicação, inclusive não constitui responsabilidade solidária na criação dos manuscritos publicados, nos termos previstos na Lei sobre direitos autorais (Lei 9610/98), no art. 184 do Código Penal e no art. 927 do Código Civil; 2. Autoriza e incentiva os autores a assinarem contratos com repositórios institucionais, com fins exclusivos de divulgação da obra, desde que com o devido reconhecimento de autoria e edição e sem qualquer finalidade comercial; 3. Todos os e-book são *open access*, *desta forma* não os comercializa em seu site, sites parceiros, plataformas de *e-commerce*, ou qualquer outro meio virtual ou físico, portanto, está isenta de repasses de direitos autorais aos autores; 4. Todos os membros do conselho editorial são doutores e vinculados a instituições de ensino superior públicas, conforme recomendação da CAPES para obtenção do Qualis livro; 5. Não cede, comercializa ou autoriza a utilização dos nomes e e-mails dos autores, bem como nenhum outro dado dos mesmos, para qualquer finalidade que não o escopo da divulgação desta obra.

Dedico este trabalho a minha esposa, meus filhos e meus familiares, que sempre apoiaram meus projetos de vida e mesmo com todas dificuldades deram forças para conclusão desde sonho.

Ao Diretor do Centro de Pesquisas Odontológicas São Leopoldo Mandic, Prof. Dr. José Luiz Cintra Junqueira.

Ao Coordenador da Pós-Graduação, Prof. Dr. Marcelo Henrique Napimoga.

Ao Coordenador do Curso de Mestrado, Prof. Dr. Milton Edson Miranda.

Ao minha Orientadora, Profa. Dra. Karina A. N. Olivieri.

À todos os Profs. do Curso de Mestrado em Prótese Dentária, em especial ao Prof. Dr. William Cunha Brandt, por todo conhecimento transmitido.

Às Funcionárias do Laboratório de pesquisa, da Faculdade São Leopoldo Mandic, em especial à Tatiana Ricci.

À Profa. Dra. Cecília Pedroso Turssi, pela excelência nos trabalhos estatísticos.

Aos colegas de Curso, amigos e familiar.

À minha esposa (Patrícia) e filhos (Tiago e Bianca), pela ausência e paciência.

Aos Alunos da graduação, em especial à Jefferson Matos.

Aos meus pais e meus irmãos, pelo apoio e por tudo o que sempre fizeram por mim, pela confiança e pelo amor que me fortalece todos os dias.

E por fim, à Deus e à todos que de alguma maneira me ajudaram a chegar até aqui, acreditaram no meu potencial e torceram por mim, muito obrigado.

O estudo teve como proposta avaliar a resistência de união da interface adesiva à microtração usando sistemas adesivos experimentais com diferentes sistemas fotoiniciadores e co-iniciadores, acionados por luz (fotopolimerizador). Os autores puderam concluir que os sistemas que com o iniciador (BAPO) óxido bis-alquil fosfínico, de forma geral apresentaram os melhores resultados. Outra conclusão foi que associação da amina terciária como um co-iniciador, afetou negativamente a resistência de união. A utilização de sistemas com iniciadores acionados por luz e de co-iniciadores alternativos permitiu a obtenção de resultados superiores aos do sistema adesivo convencional, tornando-os promissores para atuar tanto de forma isolada quanto associada aos sistemas convencionais.

BAPO - Óxido bis-alquil fosfínico

BHT - Hidroxitolueno butilado

BisGMA - Bisfenolglicidil dimetacrilato

CEMA - Cianoetil metilanilina

CQ - Canforoquinona

EDB - Etil-p-dimetilamino benzoato

DFI - Difeniliodônio hexafluorofosfato

DMAEMA - Dimetilamina metilmetacrialto

EMIC - Ensaio de materiais indústria e comércio

EDMAB - (dimetiamino) benzoato de etilo

DMPOH - álcool 4- (N, N-dimetilamino) fenilico

FL - Fonte de luz

GC - Grau de conversão

LED - Diodo emisor de luz

MAPO - Óxido mono-alquil fosfínico

PPD - Fenil propanodiona

QTH - Halogênio quartzo tungstênio

RF - Resistência à flexão

TEGDMA - Dimetacrilato de trietilenoglicol

TPO (Difenil (2,4,6-trimetilbenzoil)-fosfino e Bis (2,4,6-trimetilbenzoil) fenilfosfina)

UV – Ultravioleta

O estudo teve como proposta avaliar a resistência de união da interface adesiva à microtração, usando sistemas adesivos experimentais contendo diferentes fotoiniciadores e co-iniciadores. Foram preparadas formulações de sistemas adesivos resinosos experimentais com misturas de monômeros com 50% em massa de bisfenolglicidil dimetacrilato (BisGMA) e 50% em massa de dimetacrilato de trietilenoglicol (TEGDMA). Os fotoiniciadores utilizados foram a canforoquinona (CQ) e o óxido bis-álquil fosfínico (BAPO). Os co-iniciadores foram o difeniliodônio hexafluorofosfato (DFI) e a amina (dimetilamina metilmetacrilato - DMAEMA), na proporção 1:1, em massa. Os sistemas iniciadores fotopolimerizáveis foram dissolvidos na matriz orgânica em concentrações de 0,5% em massa, criando seis grupos, amostras de (n=8): grupo 1 (CQ/Amina), grupo 2 (CQ/Amina/DFI), grupo 3 (BAPO), grupo 4 (BAPO/Amina), grupo 5 (BAPO/DFI) e grupo 6 (BAPO/Amina/DFI). Um total de 48 terceiros molares recém-extraídos, livres de cárie, trincas ou fraturas. Os dentes foram desinfetados em solução de cloramina, limpos e incluídos em uma lâmina de vidro com fixação através de cera pegajosa. As coroas foram seccionadas 2 mm abaixo das cúspides na região central e lixados, a câmara pulpar foi restaurada com resina composta (Z250®, 3M ESPE, St Paul, Minnesota, EUA). Após aplicação dos sistemas adesivos experimentais, foi confeccionada restauração de resina composta (Z250®, 3M ESPE, St Paul, Minnesota, EUA) em forma de bloco (4mm x 4mm x 8mm) com o auxílio de matriz de silicone de adição, utilizando-se dois incrementos de resina com 2 mm de espessura os quais foram fotopolimerizados por 20s para cada, utilizando aparelho fotopolimerizador VALO (Ultradent, Salt Lake City, Utah, EUA). As amostras foram submetidas ao teste de microtração em uma máquina de ensaio universal (EMIC), a uma velocidade de 0,5 mm/min para a avaliação de sua resistência de união. Os resultados obtidos foram submetidos à análise de variância a um critério ($p < 0,001$) e as comparações múltiplas foram efetuadas pelo teste de Tukey. Os sistemas adesivos contendo os sistemas fotoiniciadores BAPO; BAPO-DFI; BAPO-Amina-DFI demonstraram os maiores valores de resistência de união, não diferindo entre si. Enquanto, os adesivos contendo os sistemas fotoiniciadores BAPO-Amina; CQ-Amina; CQ-Amina-DFI mostraram os valores mais baixos de resistência da união semelhantes entre si. Conclui-se que o fotoiniciador BAPO, de forma geral, mostrou resultados melhores que o fotoiniciador CQ e que a presença do co-iniciador AMINA pode interferir negativamente nos valores de resistência da união. A utilização de sistemas com fotoiniciadores e co-iniciadores alternativos permitiu a obtenção de resistência maior aos do sistema convencional, tornando-os promissores para atuar tanto de forma isolada quanto associada aos sistemas convencionais.

PALAVRAS-CHAVE: Fotoiniciadores Dentários, Microtração, Resistência de União.

The objective of this study was to investigate the performance of experimental resinous adhesives containing different combinations of photoinitiators systems through the bending test. Resinous adhesive formulations were prepared with monomer mixtures consisting of 50% by mass of bisphenol dimethacrylate glycidyl (BisGMA) and 50% by mass of triethyleneglycol dimethacrylate (TEGDMA). The photoinitiators were used, camphorquinone (CQ) and bis-alkyl phosphinic oxide (BAPO). The co-initiators were diphenyliodonium hexafluorophosphate (DFI) and the amine (dimethylamino methylmethacrylate - DMAEMA) in the 1:1 proportion by mass. The photopolymerizable initiator systems were dissolved in the organic matrix at 0.5% by mass concentrations, creating eight groups (G1- CQ, G2- CQ/amine, G3- CQ/DFI, G4- CQ/amine/DFI, G5- BAPO, G6- BAPO/amine, G7- BAPO/DFI, G8- BAPO/amine/DFI). Samples with 7.0 mm in length, 2.0 mm wide and 1.0 mm height were prepared (n=12). The curing light used was VALO – Ultradent and the curing time was 20 s. The samples were subjected to evaluation of bending test at three points at a speed of 1 mm/min to evaluate the flexural resistance (FR). The results were submitted to analysis of variance with one criterion ($p < 0,001$) and multiple comparisons were performed using Tukey test. Systems with the photoinitiator BAPO showed higher or equivalent bending values that demonstrated by the conventional system containing CQ/amine. Systems with the DFI had higher flexural values in relation to those demonstrated by systems without the DFI to CQ. The use of systems with alternative photoinitiators and co-initiators allows to obtain superior properties to the conventional system, making these promising systems to act both in isolation as associated with conventional systems.

KEYWORDS: Photoinitiators, dental. Resins. Dentin-bonding agents. Light-curing of dental adhesives.

1. INTRODUÇÃO	1
2. REVISÃO DA LITERATURA	3
2.1 Sistemas Adesivos.....	3
2.2. Características Dos Sistemas Adesivos.....	4
2.3 Classificação Dos Sistemas Adesivos	5
2.3.1. Adesivos de Condicionamento Prévio	5
2.3.2 Adesivos Autocondicionantes	6
2.4 Fonte de Luz, fotopolimerização e fotoiniciadores	6
2.5 Características dos Fotoiniciadores e Coiniciadores	8
2.6 Classificação dos fotoiniciadores e Coiniciadores	9
2.7 Microtração	11
3. PROPOSIÇÃO	13
4. MATERIAIS E MÉTODOS	14
4.1 Preparo da Amostra dos Dentes.....	14
4.2 Preparo da Amostra dos Sistemas Adesivos Experimentais	17
4.3 Teste de Microtração	20
4.4 Análise Estatística	21
5. RESULTADOS	22
6. DISCUSSÃO	24
CONCLUSÃO	27
REFERÊNCIAS	28

INTRODUÇÃO

A obtenção de uma forte e duradoura união entre os substratos dentários e os materiais restauradores, tem sido um grande desafio da Odontologia moderna. A introdução por Buonocore (1955) da técnica de condicionamento do esmalte com ácido fosfórico, representou um marco na Odontologia Adesiva (Garcia, 2007).

Em seguida, surgiu o conceito de hibridização proposto por Nakabayashi, Pashley (2000), que desde então, vem mudando drasticamente a prática odontológica, por modificar as gerações de sistemas adesivos. (Nakabayashi, Pashley, 2000; Moszner et al., 2005).

Os sistemas adesivos disponíveis no mercado são variados, o que dificulta a seleção do material pelo clínico. Uma das dificuldades está relacionada, aos diferentes passos clínicos e cuidados a serem tomados no momento da utilização dos adesivos que possuem diferentes tipos de monômeros, solventes, fotoiniciadores. Seu mecanismo de ação nos substratos dentários, a composição dos diferentes sistemas adesivos e suas implicações frente a incorretas aplicações; constituem-se em parâmetros essenciais para o sucesso do sistema. (Carvalho *et al.*, 2004).

Existem no mercado odontológico inúmeros tipos de sistemas adesivos. Simplificadamente, eles podem ser divididos em sistemas convencionais e autocondicionantes. Os convencionais consistem em substâncias que removem completamente o “*Smear Layer*” e resultam na desmineralização da substância dentinária através da utilização do condicionamento ácido. Dentre os sistemas adesivos convencionais o mercado odontológico apresenta exemplos de dois passos (condicionamento ácido + primer e bond) e outro de três passos (condicionamento ácido + primer + bond) (Tay, Pashley, 2001).

Já os sistemas autocondicionantes podem ser de dois passos (primer ácido + bond) ou de passo único (primer ácido e bond juntos). Os adesivos autocondicionantes são compostos por monômeros resinosos ácidos que modificam e/ou removem parcialmente a “*smear layer*”, desmineralizando de forma parcial a superfície do esmalte e da dentina (Harada et al., 2000).

Entretanto, os sistemas adesivos são fotoativados; e esta fotoativação geralmente ocorre em ambientes desfavoráveis, de umidade, no caso dos sistemas convencionais, ou em ambientes ácidos como no caso dos sistemas autocondicionantes. O fotoiniciador mais utilizado na formulação de compósitos odontológicos é a canforoquinona (CQ), ela absorve luz no comprimento de onda entre 460 a 480 nm. (Alvim et al., 2007; Asmusen et al., 2009; Ferracane, 2011)

A dicetona é um composto sólido de cor amarelada que contém em sua estrutura molecular um grupamento cromático, que em grandes quantidades, melhoram suas características mecânicas e biológicas; porém levam a um amarelamento indesejável e assim, afetando o aspecto final do material polimerizado, principalmente, claros e

translúcidos (Alvim et al., 2007; Asmusen et al., 2009; Ferracane, 2011). Apesar de ser um eficiente fotoiniciador, a CQ também apresenta um elevado potencial carcinogênico (Schneider, 2009).

A utilização da canforoquinona (CQ), está associada com a presença de uma amina terciária como um co-iniciador, a qual é capaz de acelerar a reação de polimerização por meio de uma efetiva troca de elétrons com a CQ (Kuniol, Takeshi, 2010). A escolha pela amina terciária ocorre devido a ela apresentar algumas propriedades como: um alto potencial de oxidação, não absorve luz no mesmo comprimento de onda da substância fotoiniciadora e não raegem com o mesmo.

Devido a estes diversos fatores, alguns fotoiniciadores alternativos foram incluídos na matriz orgânica dos compósitos para que ajam sozinhos ou sinergicamente (como co-iniciadores) com a CQ. Derivados de óxidos aquil fosfínicos (TPO) e α -diketonas são usados na formulação de compósitos para melhorar a cinética de polimerização e diminuir o efeito de amarelamento (Ikemura et al., 2008; Brandt et al., 2011).

Outro fotoiniciador estudado é o derivado do óxido bisaquil fosfínico (BAPO). Como consequência de sua cor mais clara, este fotoiniciador absorve luz com comprimento de onda inferior à canforoquinona (CQ), aproximadamente 400nm, mais próximos ao ultravioleta. Este fotoiniciador mostrou boa eficiência na formação de quatro radicais livres, e a fotorreação foi acompanhada pela destruição do cromóforo responsável pela absorção próxima ao ultravioleta, causando o fotocclareamento da molécula, o que impede que o fotoiniciador cause amarelamento do polímero (Rutsch et al., 1996).

O uso dos co-iniciadores, também conhecidos como agentes redutores, aumentam a velocidade ou cinética da reação (Brandt et al., 2010; Leprince et al., 2011). Estudos mostraram que a incorporação de um sal de iodônio (DPI) aumenta a cinética de polimerização, através de um sistema ternário de reação (fotoiniciador + Amina + Difeniliodônio Hexa Fluorofosfato - (DPIHFP), sem comprometer a aparência da reação. Assim, este sal de iodônio poderia auxiliar a reação de polimerização onde existe pouca disponibilidade de luz (Shin, Rawls, 2009).

Como a eficiência de polimerização de adesivos resinosos contendo diferentes sistemas fotoiniciadores pode influenciar na resistência da união, o objetivo deste estudo foi avaliar a resistência da união da interface adesiva, por meio de testes de microtração, de sistemas adesivos contendo diferentes sistemas fotoiniciadores e co-iniadores.

REVISÃO DA LITERATURA

2.1 SISTEMAS ADESIVOS

No início do século XX, várias foram as tentativas e métodos de conseguir descobrir a adesão à dentina. Como a execução de formatos retentivos nos preparos dentários, preparo de Black e a cimentação não adesiva com fosfato de zinco. (Cramer et al., 2011).

Em meados do século XX, em torno de 1940, foi elaborado o primeiro agente adesivo, chamado de “Sevtron Cavity Seal®”. Esse sistema era constituído de metacrilato de ácido glicerofosfórico como o um componente autocondicionante em dentina e esmalte. Contudo, esse sistema primitivo falhou em relação a durabilidade clínica das restaurações. A causa mais provável pela falha foi a tensão superficial e a expansão térmica produzida pelo metacrilato da época. Este estudo serviu como base para que Michel Buonocore (1955), estudando ácidos mais fortes, concluisse que o fosfórico permitia um condicionamento bem superior ao conseguido até então (Anusavise et al., 2013).

Os sistemas adesivos consistem em produtos desenvolvidos para realizar união entre determinados materiais restauradores e os tecidos dentais, seja através de técnicas diretas ou indiretas. Anusavise et al. (2013) relatam que as funções destes adesivos são resistirem à separação do substrato ao esmalte, dentina, metal e compósitos cerâmicos, de um material restaurador ou de cimentação, selamento da interface adesiva dentina/esmalte, redução de sensibilidade pós-operatória, evitar recidiva de cárie e manchas ou pigmentação em margens das restaurações.

O conceito de condicionamento ácido total, proposto por Fusayama et al. (1979), aliado à hibridização da dentina, sugerido por Nakabayashi e Pashley (2000), constituíram a base dos agentes adesivos contemporâneos. A partir destas descobertas, surgem os adesivos convencionais, que o seu mecanismo de ação consiste em remoção completa da “*smear layer*”, com o uso de ácidos e desmineralização da dentina.

Surgiam então os sistemas adesivos convencionais que promovem a remoção completa da *smear layer* através do uso de ácidos, os quais desmineralizam a superfície dentinária e expõem uma fina camada de fibras colágenas, que pode ser infiltrada pelos monômeros hidrofílicos. Esses materiais são compostos por um gel ácido, uma solução de monômeros hidrofílicos denominada de *primer*, que são dissolvidos em etanol ou acetona ou água, e uma resina fluida, com ou sem carga, contendo monômeros hidrofóbicos, como, BisGMA, TEGDMA ou UDMA, geralmente associados a moléculas hidrofílicas, como HEMA. (Rabello, 2003).

O condicionamento ácido proporcionou uma interface adesiva durável, graças a alta energia superficial (limpeza e aspereza) desta técnica. Com a alta retenção mecânica de materiais restauradores resinosos e agentes de cimentação, surgiu a “era da odontologia adesiva”. (Nakabayashi, Pashley, 2000).

A primeira geração de adesivos teve resultados clínicos aceitáveis, sendo dependente, das situações clínicas e do uso de materiais adequados. Um problema que surgiu com as primeiras pesquisas desenvolvidas no século XXI, foi a falta de adesão à dentina. A solução foi o prévio condicionamento com ácido fosfórico (35-37%) à aplicação do *primer* possibilitando uma zona profunda de desmineralização da dentina, o que aumentou a permeabilidade à superfície do substrato. Entretanto, a necessidade de secagem da área restaurada, provocou a sensibilidade pós-operatória. Isso também, pode acontecer pela incompleta penetração do *primer* e do adesivo por toda a área descalcificada durante a formação da camada híbrida. (Carvalho, 2004).

Na tentativa de transpor esses problemas, agentes adesivos autocondicionantes foram desenvolvidos, sem necessitar da aplicação isolada do ácido para produzir porosidades no substrato. Foram incorporados em suas formulações, monômeros resinosos ácidos, capazes de desmineralizar e infiltrar nos tecidos dentais simultaneamente e sem necessitar serem lavados da superfície das paredes cavitárias. (Nakabayashi, Pashley, 2000).

Os sistemas adesivos autocondicionantes podem ser de dois passos; com o condicionador e o *primer* combinados no mesmo frasco e o adesivo aplicado separadamente; ou de um único passo, combinando ácido, *primer* e adesivo em uma mesma aplicação. Estes materiais evitam a sensibilidade pós-operatória e a nanoinfiltração, quando comparados aos sistemas convencionais, pois são menos sensíveis às questões de umidade superficial da dentina. Além de não serem removidos do substrato dental, após sua aplicação, possuem um pH ácido que promove uma desmineralização limitada dos tecidos dentários. Por isso, esses adesivos apresentam menor efetividade sobre o esmalte, o qual possui um elevado conteúdo mineral em seu tecido. (Laxe et al., 2007).

2.2. CARACTERÍSTICAS DOS SISTEMAS ADESIVOS

Nesses mais de cinquenta anos em que foi introduzida a tecnologia adesiva convencional ou tradicional, houve uma grande evolução, empregando a técnica úmida (*etch and rinse*), a face de união é obtida pela aplicação prévia do ácido fosfórico a 37% seguida de lavagem com água em abundância, mas ainda apresenta como desafio proporcionar uma ligação duradoura, igualmente efetiva dos tecidos duros dentais. A ligação ao esmalte tem provada ser durável, pela formação de micro-retenções, sobre as quais favorece o embricamento que pode ser polimerizada, proporcionando a adesão. A ligação à dentina é menos efetiva, devido, a degradação marginal precoce e desunião do material restaurador, causada pela umidade necessária que impede a penetração do adesivo, que formam espaços vazios ocupados por água. Isso tem levado a Indústria à busca por novos produtos adesivos mais simples, mais fáceis de se usar e técnicas menos sensíveis. (Meerbeek et al., 2005; Breschi et al., 2008).

Diferente dos adesivos convencionais, os autoadesivos não requerem um passo separado de etapas, pois eles contêm monômeros ácidos que simultaneamente “condicionam” e “prime” o substrato dental. “Conseqüentemente, a dependência do operador é reduzida, eliminando a fase de lavagem e a necessidade de manutenção da ‘umidade ideal’. Além disso, menor tempo e menos passos, resultando em um desempenho clínico confiável, embora isso pareça muito dependente do produto utilizado. Outro benefício dos autoadesivos é a menor incidência de sensibilidade pós-operatória por parte dos pacientes. Mesmo havendo uma união química à estrutura dental, comprovada por trabalhos, modificando os conceitos de adesão; outros estudos mostram que a interação com a dentina é superficial, deixando “*smear layer*”, dentro dos túbulos. Essas características fazem com que mais estudos sejam necessários para o desenvolvimento de outros e melhores adesivos sejam pesquisados. (Meerbeek et al., 2005; Van et al., 2003).

2.3 CLASSIFICAÇÃO DOS SISTEMAS ADESIVOS

Os sistemas adesivos contemporâneos são classificados de acordo com o número de etapas clínicas e sua interação com os tecidos dentais. O primeiro grupo de sistemas adesivos proporciona a remoção completa de “*smear layer*”, na dentina e no esmalte dental, promove a desmineralização seletiva dos prismas, resultando em micro poros que aumentam a retenção mecânica do material adesivo, (condicionamento total) e divide-se em três e duas etapas para o procedimento clínico de aplicação. (Gonçalves et al., 2008).

2.3.1. Adesivos de Condicionamento Prévio

a) Três passos (quarta geração): Apresentam os três componentes separados, ácido, primer e adesivo. O primeiro passo é o condicionador ácido (ácido fosfórico de 30 a 40%, tanto em dentina e esmalte) seguido de enxágue; aplicação do *primer* (contendo monômeros hidrofílicos funcionais dissolvidos em um solvente orgânico, como acetona, etanol ou água) e aplicação do adesivo propriamente dito (resina hidrofóbica). Foi considerado como uma grande evolução, já que se mostrou com uma grande resistência de união e com isso confiável para uso clínico. (Meerbeek et al., 2005; Anusavise et al., 2013).

b) Dois passos (quinta geração): visando diminuir um passo clínico e minimizar possíveis erros de técnicas, foram desenvolvidos os adesivos de dois passos (quinta geração), que juntaram em um único frasco o primer e o bond. Os passos são: condicionamento ácido e em seguida vem o enxágue e aplicação em conjunto do *primer* e do adesivo combinados em um mesmo frasco. Esses sistemas atraem a atenção dos clínicos, que buscavam um produto de fácil uso e passos reduzidos. (Anusavise et al., 2013).

2.3.2 Adesivos Autocondicionantes

Na busca pela simplificação da técnica dos sistemas adesivos, surgiu os adesivos autocondicionantes, que diferem de seus antecessores pela ausência da etapa isolada de aplicação do ácido, visto que o passo do condicionamento ácido foi agregado à aplicação dos monômeros adesivos. (Carvalho et al., 2004).

- a. Técnica trabalhada sobre dois passos (sexta geração): Consiste da combinação de um primer ácido, onde o mesmo é aplicado em um primeiro momento sobre a região, logo após aplica-se o adesivo. (Van et al., 2003)
- b. Único passo (sétima geração): Aplica-se o ácido e a resina em um único composto diretamente sobre a estrutura dentária. Os inúmeros sistemas fornecem um primer e um adesivo em repartições distintas das embalagens, sendo aplicados em único momento; evadindo possíveis alterações fotossensíveis pelo composto acidificado. (Perdigão et al., 2006; Reis et al., 2008; Tatim et al., 2010).

Contudo com as infinitas vantagens de trabalhar com os materiais de passo único, é possível notar-se uma simplificação superior do material degradado ao longo do tempo, quando comparado aos sistemas não simplificados. (Breschi et al., 2008). Vale salientar que tanto os materiais não simplificados que apresentam características de adesivos tradicionais ou de autocondicionantes carecem de uma elevada hidrofília; desse modo percebe-se que a presença de monômeros especificamente hidrofílicos, fornece uma alta capacidade de susceptibilidade dos respectivos adesivos em absorver água após o processo de polimerização, impedindo um possível fracasso nas restaurações. (Munck et al., 2005).

A degradação do material adesivo ocorre através de um processo de hidrólise; essa por sua vez sendo causada pela assiduidade de água no compartimento interno da interface do adesivo, esse por sua vez sendo decorrente de um processo de reações químicas nas quais ocorrem quebras das fortes ligações covalentes entre os polímeros. (Munck et al., 2005).

2.4 FONTE DE LUZ, FOTOPOLIMERIZAÇÃO E FOTOINICIADORES

Ao longo dos anos os compostos com ativação química dominaram o mercado odontológico, a polimerização por sua vez ocorria quanto a mistura de uma pasta catalizadora e uma outra pasta universal/base, eram misturadas. Por consequência eram denominadas de resinas compostas autopolimerizáveis; diante das desvantagens quanto a manipulação e aos resultados clínicos apresentados por estes, foi inevitável o surgimento de compósitos em que a polimerização pudesse ser controlada pelo profissional. Assim na década de 70, surgiram as resinas compostas fotopolimerizáveis, cuja polimerização ocorre com base em uma radiação gerada por uma Fonte de Luz (FL). (Alvim et al., 2007; Caldarely et al., 2011).

O uso desses materiais baseados em ativação pela FL, só foi possível devido o desenvolvimento e pesquisas feitas pela indústria da época, onde os mesmos possuíam emissão inicial de 365 nm com uma haste de quartzo alimentada por uma fonte de mercúrio em alta pressão e utilizando inicialmente a luz ultravioleta (UV). Esse experimento foi algo interessante para a odontologia, pois antes disso, o cirurgião-dentista não era capaz de controlar a reação de presa (polimerização). Porém, mesmo com as inúmeras vantagens, tais como: excelentes propriedades estéticas, melhor controle de tempo e radiação; alguns quesitos ainda necessitavam serem corrigidos como a baixa profundidade de polimerização, efeitos deletérios à microbiota bucal, potencial carcinogênico no globo ocular do operador. Foram razões suficientes para substituição das mesmas pela luz halógena de quartzo – tungtênio, luz de arco de plasma, laser de argônio e recentemente as luzes emitidas por diodo. (Leds) (Alvim et al., 2007; Ikemura et al., 2008; Caldarely et al., 2011; Rueggeberg, 2011; Kwon et al., 2012).

A luz halógena de quartzo-tungtênio (LH) é a comumente utilizada na rotina clínica do cirurgião-dentista, está por sua vez, apresenta desvantagens que comprometem a sua vida útil, devido a mesma trabalhar em elevadas temperaturas, normalmente sofrem danos no bulbo, refletor e no filtro, sofrendo uma alteração da qualidade da luz emitida. Dessa forma, o material sofre alteração no grau de polimerização, isso sem que o profissional perceba; é necessário que exista um controle periódico em relação a manutenção dessas luzes, bem como checagem da intensidade de luz emitida. (Barghi et al., 1994).

A primeira associação de fotoiniciador e co-iniciador, ativado pela luz visível foi um complexo CQ/Amina, utilizando como fonte de luz o QTH. O resultado foi muito comemorado, pois conseguiu polimerizar 2 mm de um incremento com o tempo de 40 a 60 segundos na polimerização e sem alteração na flora bucal. Embora, ainda com efeitos deletérios à retina. (Rueggeberg, 2011; Kwon et al., 2012).

A possível combinação entre os sistemas fotoiniciador CQ/amina e a FL – QTH possibilitou um grande avanço aos procedimentos odontológicos, sendo capaz de transformar monômeros (Bis-GMA/TEGDMA) em uma rede de polímeros que apresentavam capacidades mecânicas e físicas nas quais fossem adequadas (Ikemura et al., 2008). Mas, frente às características estéticas, esse sistema ainda deixava a desejar por conta de sua coloração amarelada, que vinha a comprometer no seu resultado final (Turgut, Bagis, 2011).

Da década de 90 em diante a utilização das fontes de luz QTH ficaram mais constantes para a odontologia, contudo modificações foram engajadas, como a elevação da potência, utilização de filtros com o intuito de aproximar os espectros de emissão projetados pelas fontes de luz, dessa forma promovendo uma maior absorção do fotoiniciador e um menor dano a retina ocular (Rueggeber, 2011).

O processo de polimerização ocorre através de uma luz visível que após ser iniciada contendo uma elevada quantidade de radicais livres, necessita de um número específico de fótons para ser absorvido pelo sistema iniciador, estando diretamente relacionado

com o comprimento de onda, intensidade e tempo de exposição. É interessante notar-se que os componentes fotossensíveis são de fundamental importância para desencadear do processo de polimerização, no que lhe diz respeito, sendo capaz de absorver a luz e desencadear uma elevação da cinética molecular, isso sendo de fundamental importância para dar início à conversão da mistura oligomérica em um polímero com ligações cruzadas. (Cook, 1992; Stansbury, 2000; Ferracane, 2011).

O fotoiniciador é um componente ímpar para a eficiência do processo de polimerização, contribuindo diretamente para formação de polímeros com propriedades físicas e mecânicas nas quais são desejadas. Por esse motivo, necessita-se uma interação eficiente entre a eficácia de absorção do fotoiniciador e o espectro de emissão da fonte de luz, elevando assim a sua reação de absorbância dos fótons. (Alvim et al., 2007; Ikemura et al., 2008; Sakaguchi et al., 2009; Schneider et al., 2009; Decker et al., 2011;).

Com o avanço das tecnologias novos modelos alternativos de lâmpadas surgiram, tais como: as lâmpadas de arco de plasma e o laser de argônio, essas se apresentaram com o custo mais oneroso; vale salientar ainda, que esse elevado custo não é desprezível, pois, esses aparelhos oferecem uma redução do tempo de polimerização. Dessa forma, melhorando a adaptação marginal das restaurações com resinas compostas. (Park et al., 2002).

As lâmpadas LEDS (light-emitting-diode) na atualidade são o que há de mais novo no mercado no quesito de apresentar-se como uma tecnologia promissora, essas por sua vez, tratam-se de uma tecnologia que difere totalmente da luz halógena, atuando como fontes de luz no estado sólido, agregado com diversos compostos que apresentam semicondutores que emitem uma luz azul. Destaca-se inúmeras vantagens dessa luz azul, como: uma energia na qual é produzida do nitrato de gálio, com um espectro de absorção máximo de CQ (468 nm), não produzem filtros, um mínimo calor é gerado, longa vida útil, degradação significativa do fluxo de luz, resistência a quedas inesperadas de energias, etc. (Nomura et al., 2002).

2.5 CARACTERÍSTICAS DOS FOTOINICIADORES E COINICIADORES

Os fotoiniciadores são moléculas orgânicas, que podem ser empregados sozinhos ou fazendo parte de um sistema químico, que tem a capacidade de absorver luz. A partir desta absorção de luz, provocam uma reação em cadeia, com a liberação de radicais H^+ ou cátions radicais, que iniciam a reação de fotopolimerização. As principais características dos fotoiniciadores são a fotoquímica e a fotofísica, que desencadeiam o processo reacional. Os requisitos preenchidos por essas substâncias são: alto coeficiente de extinção molar na região de ativação (dependente da aplicação e da FL); alta capacidade de gerar espécies ativas ou alto rendimento quântico de formação de radicais livres; solubilidade no meio reacional; baixa degradação química antes e após a reação; ser inodoro; não provocar

amarelamento das resinas fotocuráveis; ser atóxico e de fácil manuseio. (Fouassier, 1995; Allen, 1996).

Os iniciadores fazem parte de um sistema químico que não absorve luz, mas participa na produção da espécie reativa. Apresentando as seguintes características: um alto potencial de oxidação ou de redução; alta reatividade na adição do radical à dupla ligação; não absorver luz no mesmo comprimento de onda de irradiação do fotoiniciador e não reagir nem interagir com o fotoiniciador e com os monômeros no estado fundamental. (Fouassier, 1995).

2.6 CLASSIFICAÇÃO DOS FOTOINICIADORES E COINICIADORES

De acordo com o mecanismo de formação dos radicais livres, os fotoiniciadores podem ser classificados em dois tipos, tipo I e II. O primeiro tipo gera radicais por fragmentação da molécula após absorção de luz em um processo direto de fotofragmentação. Já o segundo tipo, absorve a luz que excita a molécula e reage com um segundo composto que é doador de elétrons. Com isso a molécula capaz de absorver a luz é o fotoiniciador e a de doar elétrons é o iniciador. (Aydin, 2005).

O principal representante do grupo de fotoiniciadores do tipo II é CQ, é um agente iniciador que pertence as diquetonas, produz radicais quando expostos a radiação entre 450 a 500 nm. Como pertencente ao tipo II, necessita de um agente iniciador, para finalizar a sua polimerização, geralmente o mais usado é uma amina terciária. (Tsai, Charney, 1969; Cook, 1992; Alvim et al., 2007).

Em relação ao espectro de absorção da luz visível, a CQ chega ao estado de excitação simples, também chamado de “singlet state”, quando o comprimento de onda fica entre 400 e 500 nm, com o valor máximo de 468 nm. Na sequência, a excitação torna-se “triplet state”, com um tempo de vida encurtado, mas necessário para que ela atinja o estado mais complexo de alta excitação molecular “*exciplex*”, onde abstrai um átomo de hidrogênio da amina terciária resultando na formação de radicais livres e desencadeando a reação de polimerização. (Tsai, Charney, 1969).

No entanto o decaimento da CQ está relacionado com uma molécula de amina por um mecanismo difusional, gerando um exciplexo. As aminas comumente utilizadas são as dimetilamina metilmetacrilato (DMAEMA), cianoetil metilanilina (CEMA) e etil-p-dimetilamino benzoato (EDB). (Stansbury, 2000).

O sistema CQ/amina tem sido o “gold standard” nas restaurações dentárias e muitos estudos investigam o mecanismo de iniciação e os parâmetros que afetam a fotopolimerização. A questão é que, o mecanismo que leva ao amarelamento e em grande concentração, a toxicidade, a incorporação da CQ a matriz resinosa deve ser controlada. Com isso, reduz o prejuízo estético, em regiões anteriores de maxila e mandíbula. Mas a baixa concentração deste fotoiniciador, leva a resultados insatisfatórios de polimerização. (Park et al., 1999; Alvim et al., 2007; Prakki et al., 2009; Brandt et al., 2011).

A produção de radicais é uma reação de polimerização padrão, onde o complexo molecular e o “*know-how*” são de fundamental importância para conseguir alcançar as propriedades desejadas. Desta maneira o sistema iniciador CQ/amina está interligado a um elevado tempo de exposição, resultando em uma queda circunstancial do número de monômeros residuais. (Parkki et al., 1999; Alvim et al., 2007; Prakki et al., 2009; Sakaguchi et al., 2009; Brandt et al., 2011).

Estudos recentes que testaram associações de vários fotoiniciadores como TPO (Difenil (2,4,6-trimetilbenzoil)-fosfina) e Bis (2,4,6-trimetilbenzoil) fenilfosfina), (BAPO) ou canforoquinona (CQ) associado com co-iniciadores, 2- (dimetilamino) metacrilato de etilo (DMAEMA), 4- (dimetilamino) benzoato de etilo (EDMAB) ou álcool 4- (N, N-dimetilamino) fenilico (DMPOH). Os sistemas CQ apresentaram maior estabilidade de cor do que os fotoiniciadores de tipo I, especialmente quando combinados com DMPOH. Após o envelhecimento, os compósitos baseados em CQ tornaram-se mais amarelos e BAPO e TPO mais leves e menos amarelados. No entanto, os sistemas CQ apresentaram maior estabilidade de cor do que os fotoiniciadores de tipo I, como BAPO- e TPO-, apesar de sua maior eficiência de cura quando ativado por foto com a faixa de comprimento de onda correspondente. A correspondência de cores é inicialmente importante, mas a mudança de cor ao longo do tempo seja um dos principais motivos para a substituição das restaurações estéticas; apesar do menor amarelecimento dessas alternativas (Oliveira et al., 2015).

O BAPO apresenta em sua composição o óxido 4-propilfenil-bis-(2,6-diclorobenzoíla) fosfínico que após a sintetização para ser utilizada na área odontológica, possuindo uma elevada absorção de luz acima de 400 nm. No mercado a mesma é encontrada com maior facilidade em um composto de Irgacure 819 (Ciba-Geiny Inc.), no formato de um pó esbranquiçado, sendo utilizado normalmente como um adesivo autocondicionante sobre a superfície dentária, fora que o BAPO oferece um excelente resultado de formação dos radicais livres (Correa, 2003).

O “*Irgacure*” tem a capacidade de formar quatro espécimes de radicais livres para cada molécula, potencialmente existe um processo de liberação de calor de forma espontânea gerando uma clivagem em uma das ligações de C-P; contudo em temperaturas fora das convencionais a segunda ligação da clivagem não ocorre de forma espontânea, por sua vez sendo necessário lançar mão de um segundo fóton para com que as ligações sejam quebradas (Neumann et al., 2006).

Em uma avaliação da capacidade de absorver luz no comprimento de onda de 400 nm, o BAPO oferece características de cinética de polimerização que são capazes de promover a destruição do cromóforo responsável pela absorção da radiação UV, resultando em fotocclareamento da molécula, impedindo que o fotoiniciador permita o amarelamento do polímero e ainda uma alta conversão das duplas ligações acrílicas (Rutsch et al., 1996).

Um estudo feito Besse et al (2016), comparou a força de cisalhamento de compostos contendo CQ e BAPO, como agentes fotoiniciadores. Os resultados mostraram que o

melhor desempenho foi obtido quando usado BAPO; embora associação da CQ/Amina demonstraram bom desempenho.

Com isso o BAPO não necessita de iniciadores em sua reação, pois seu mecanismo de ação age por uma α -clivagem na ligação (C-P), diferindo-se do sistema da CQ/amina. A utilização de sistemas iniciadores promove uma elevação espontânea da cinética de reação, ainda auxiliando a reatividade dos sistemas (Brandt et al., 2010; Leprince et al., 2011). A adição de alguns compostos ajuda no processo de elevação da cinética de polimerização, através de um sistema ternário de reação (fotoiniciador + amina + DFI), sem haver um comprometimento na aparência da reação (Shin, Rawls, 2009).

O DFI nada mais é do que um sal branco solúvel, capaz de agir em combinação com a CQ acrescentando em suas insuficiências estéticas e o GC do sistema iniciador CQ/amina. Esse DFI quando reagido com a CQ inativa devido um processo de redução de elétrons, com liberação de um radical fenil capaz de estimular o início da polimerização da CQ, reduzindo assim o tempo de exposição, tornando esse sistema mais reativo (Ogliari et al., 2007; Shin, Rawls, 2009). Com a elevação da taxa de conversão e polimerização devido a adição do sal iônico, uma camada híbrida de adesivo é formada ofertando melhores propriedades mecânicas e de resistência com a superfície dentinária (Leal et al., 2012; Meereis et al., 2014). Este sal iônico utilizado como um catalisador da reação de polimerização e com um caráter iônico, gerando a polimerização de monômeros hidrofílicos, impedindo a divisão das fases e reduzindo o bloqueio da polimerização por solventes orgânicos (Loguercio et al., 2013; Meereis et al., 2016).

Aberdin et al (2016), demonstrou em estudo que adição de DFI, como terceiro componente num sistema formado por fotoiniciadores e co-iniciadores como CQ/DMAEMA ou CQ/EDMAB, melhorou significadamente, a potencial de fotopolimerização. Afirmando assim, a necessidade da adição deste sal para melhorar o desempenho da polimerização.

2.7 MICROTRAÇÃO

Em virtude das altas taxas de resistência adesivas ocorridas pelo aprimoramento dos novos materiais e técnicas de adesão, que gira acima de 25 Mpa. Os testes de tração e o cisalhamento; não foram capazes de resolver essa demanda. Daí, foi necessária a introdução de novas formas de testar esses materiais, sendo assim o teste de microtração. O teste permitiu avaliar de forma precisa e eficiente a interface adesiva, na medida que possibilita uma diminuição significativa do número de falhas coesivas; que consista mostrar a fratura no substrato. Além disso, outras vantagens que surgiram com o uso desse teste, foi a possibilidade de estudar diferentes regiões do dente, a obtenção de grande quantidade de corpo de prova a partir de um elemento dentário; reduzindo assim o número de amostras que eram usadas ao cisalhamento e tração (Camargo et al., 2007).

O ensaio de microtração tem por objetivo avaliar a interface de adesão através do uso de espécimes com dimensões nas quais sejam reduzidas; esse método previamente realiza a execução de cortes perpendiculares entre si no dente preparado, para confecção de corpos de provas em formatos específicos, nesse caso de palitos, com secção transversal com dimensões de aproximadamente 1mm². Esses corpos de provas ficam posicionados e fixados por meio de uma cola a um instrumento específico nos quais foram tracionados em uma máquina de ensaio universal, uma velocidade média de 0,5 mm/min. Os valores da resistência adesiva eram calculados através da razão de carga suficiente para promover a ruptura de corpos (Sano et al., 1998).

Geralmente, as falhas observadas em testes de microtração, são do tipo adesivas, quando envolvem união de dente ao substrato (restauração ou peça protética). Torres et al (2017).

PROPOSIÇÃO

O objetivo desta pesquisa foi avaliar a resistência de união da interface adesiva à microtração usando sistemas adesivos experimentais com diferentes sistemas fotoiniciadores CQ - Canforoquinona e BAPO - Óxido bis-alquil fosfínico co-iniciadores, DFI - Difeniliodônio hexafluorofosfato e dimetilamina metilmetacrilato (DMAEMA).

MATERIAIS E MÉTODOS

O projeto da pesquisa foi apresentado ao Comitê de Ética da Unileão e dispensado de ser submetido à análise por tratar-se de uma pesquisa exclusivamente laboratorial, sem envolvimento de seres humanos ou materiais (Anexo A).

4.1 PREPARO DA AMOSTRA DOS DENTES

Foram utilizados neste estudo 48 terceiros molares humanos ($n=8$) recém-extraídos, livres de cárie, trincas ou fraturas. Os dentes foram mantidos em solução de cloramina (0,5%) à temperatura de 4 °C por 48h para desinfecção. A seguir, foram limpos com auxílio de pasta de pedra-pomes e água com escovas tipo Robinson (Microdont®, Socorro, SP, Brasil) e analisados por meio de uma lupa (Carl Zeiss®, Jena, Alemanha), com aumento de 10x para descartar os espécimes que não fossem íntegros.

Os dentes foram fixados em lâminas de vidro retangular de dimensões de 15 x 40 mm (IVM BRASIL,vidraçaria,Mogi das Cruzes, SP, Brasil), fixados com cera pegajosa (ASFER, Indústria Química Ltda, São Caetanos do Sul, SP, Brasil), de tal maneira que a superfície oclusal ficasse voltada para a superfície externa e superior. (Figura 1).

Figura 1 - Dentes Fixados na Lâmina de Vidro e Incluídos com Cera, Com a Superfície oclusal e cúspides voltada para cima.



Fonte: Autoria própria.

As coroas dos dentes foram seccionadas 2 mm abaixo das cúspides em sua região central, no sentido vestibulo-lingual, perpendicular ao seu longo eixo com um disco diamantado de dupla face. (Meinsinger, Neuss, Alemanha). Após o corte, os resíduos provenientes da manipulação dos corpos-de-prova foram removidos com uma sequência de Lixa D'água número 600, 700, 800, 900, 1000, 1100 e 1200 (3M, Sumaré, Brasil), em Politriz Aropol 2V (Arotec Ind. e Comércio São Paulo/SP/Brasil). (Figura 2).

Figura 2 - Dente Sendo Cortado na Região da Coroa.



Fonte: Autoria própria.

A manutenção dos dentes após esses procedimentos foi em soro fisiológico à temperatura de 36 °C em estufa bacteriológica ECB 1.3 digital Odontobrás Ind. e Com. Equip. Med. Odont. LTDA (Ribeirão Preto, SP, Brasil).

Logo após o polimento para padronização da *smear layer*, os discos de dentina pertencentes a cada um dos Grupos foram condicionados com ácido fosfórico a 37% (Condac 37®, FGM, Joinville, SC, Brasil) por 15s e enxaguados com água abundante durante 30s. O excesso de água foi removido com papel absorvente (Figura 3).

Figura 3 - Dentes Condicionados.



Fonte: Autoria própria.

Cada corpo de prova recebeu o sistema adesivo SingleBond (3M ESPE, St Paul, EUA) que foi aplicado por 10 segundos sob constante agitação em toda superfície dentinária com auxílio de um *microbrush* (KG Sorensen®, Barueri, SP, Brasil), seguido por um leve jato de ar por 10s. Após a primeira aplicação uma nova camada do sistema adesivo foi

aplicado sobre a dentina pelo mesmo tempo e condição de agitação, seguido por um leve jato de ar também por 10s e fotoativado durante 10s com o aparelho marca VALO (Ultradent Products, Inc. - Salt Lake City - Utah - EUA), com irradiância de 450 mW/cm². (Figura 4).

Figura 4 – Sistema Adesivo Usado Para Fechar Câmara Pulpar.



Fonte: Autoria própria.

Após aplicação do sistema adesivo, foi confeccionada uma restauração em resina composta (Z250®, 3M ESPE, St Paul, Minnessota, EUA) para fechar a câmara pulpar, (Figura 5), utilizando-se incrementos de resina até fechar todas as cavidades, os quais foram fotopolimerizados por 20s para cada, com aparelho um fotopolimerizador marca VALO (Ultradent Products, Inc. - Salt Lake City - Utah - EUA) (Figura 6).

Figura 5 – Fechamento da Cavidade Pulpar com Resina Composta



Fonte: Autoria própria.

Figura 6 – Aparelho Fotopolimerizador VALO



Fonte: Autoria própria.

4.2 PREPARO DA AMOSTRA DOS SISTEMAS ADESIVOS EXPERIMENTAIS

Para este estudo, foram preparadas as seguintes formulações de adesivos experimentais, com misturas de monômeros que consistem de 50% em peso BisGMA – Bisfenol Glicidil Dimetacrilato - e 50% em TEGDMA – Trietileno Glicol Dimetacrilato.

Os fotoiniciadores utilizados foram, a canforoquinona (CQ) e o óxido bis-alquil fosfinico (BAPO) e os coiniciadores, o difeniliodônio (DFI) e a amina (dimetilamina metilmetacrilato - DMAEMA), na proporção 1:1, em massa. Os sistemas iniciadores fotopolimerizáveis foram, cada um, completamente dissolvidos na matriz de monômero em concentrações de 0,5%, em massa, criando os grupos:

1. CQ-A (CQ/Amina)
2. CQ-A-D (CQ/Amina/DFI)
3. B (BAPO)
4. B-A (BAPO/Amina)
5. B-D (BAPO/DFI)
6. B-A-D (BAPO/Amina/DFI)

(Figura 7).

Figura 7 – Sistemas Adesivos Experimentais.



Fonte: Autoria própria.

Além disso, o inibidor hidroxitolueno butilado (BHT) foi adicionado ao sistema em uma concentração de 0,1% em massa para evitar espontânea polimerização dos monômeros. A manipulação dos adesivos experimentais foi realizada em luz filtrada laranja. As formulações dos adesivos experimentais usadas neste estudo, foram selecionadas com base nos estudos de Park et al. (1999), Atai, Moin et al. (2001) e (Watts (2006). Todos os reagentes foram da Sigma-Aldrich Inc., (St. Louis, MO, EUA).

Cada espécime foi condicionado com ácido fosfórico a 37% (Condac 37®, FGM, Joinville, SC, Brasil) por 15s e enxaguados com água abundante durante 30s. O excesso de água foi removido com papel absorvente. Os adesivos experimentais contendo diferentes sistemas fotoiniciadores foram aplicados por 10 segundos sob constante agitação em toda superfície dentinária com auxílio de um *microbrush* (KG Sorensen®, Barueri, SP, Brasil), seguido por um leve jato de ar por 10s. Após a primeira aplicação uma nova camada do sistema adesivo foi realizada sobre a dentina pelo mesmo tempo e condição de agitação, seguido por um leve jato de ar também por 10s e fotoativado durante 10s com o aparelho VALO (Ultradent Products, Inc. - Salt Lake City - Utah - EUA), com irradiância de 450 mW/cm².

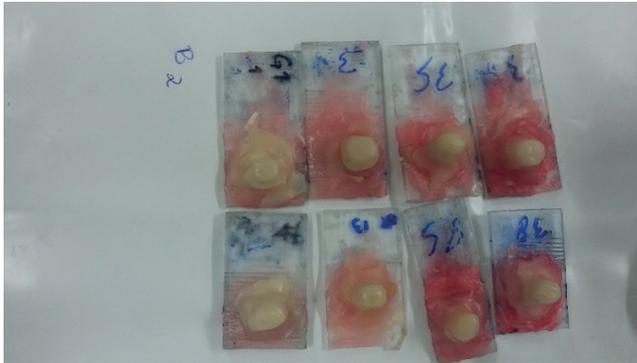
Após a aplicação de sistema adesivo, foi confeccionada restauração de resina composta (Z250®, 3M ESPE, St Paul, Minnessota, EUA) em forma de bloco (4mm x 4mm x 8mm) com o auxílio de matriz de silicone de adição nas dimensões de cada amostra, utilizando-se dois incrementos de resina com 2 mm de espessura os quais foram fotopolimerizados o aparelho VALO (Ultradent Products, Inc. - Salt Lake City - Utah - EUA), com irradiância de 450 mW/cm², por 20s para cada. (Figura 8 e 9).

Figura 8 – Dentes Restaurados em Resina e Grupos de sistemas adesivos, paquímetro digital.



Fonte: Autoria própria.

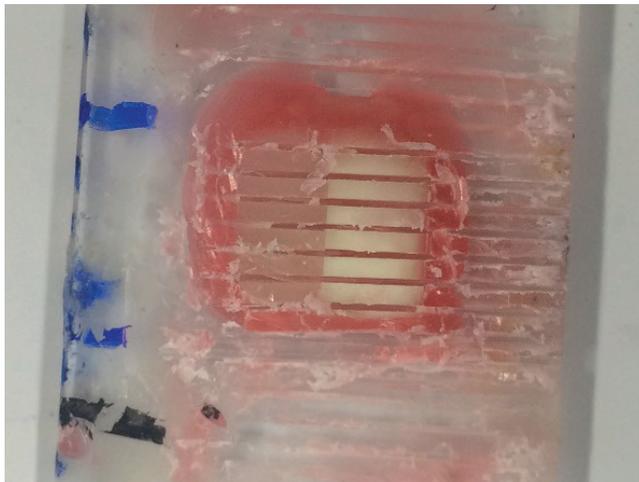
Figura 9 – Dentes Restaurados em Resina.



Fonte: Aatoria própria

Após 24h da realização das restaurações, as espécimes foram incluídas em cera e cortadas longitudinalmente com um disco de diamante dupla face (Buehler, modelo 11 – 4253, série 15 LC, Lake Bluff, ILL 6004, USA) em cortadeira metalográfica de precisão Isomet 1000 (Buehler, Lake Forest, IL, USA) sob refrigeração constante. Cada espécime foi cortado no sentido resina - dente em palitos de 1mm de espessura no sentido mesio-distal perpendicular à interface adesiva. Posteriormente, os espécimes foram posicionados no sentido vestibulo-lingual (girados 90°) e seccionados perpendicularmente à interface adesiva originando palitos de 1mm². O resultado dos cortes foi a obtenção de palitos de dimensões (4mmx8mmx4mm), compostos por uma porção de resina (Z250®, 3M ESPE, St Paul, Minnessota, EUA) e a outra de substrato dentinário, por fim, e entre estas 2 estruturas o sistema adesivo (interface de união).(Figura 10).

Figura 10 – Palitos Formados.

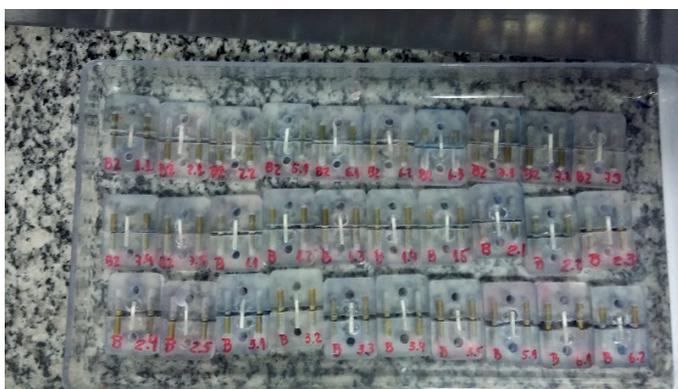


Fonte: Aatoria própria.

4.3 TESTE DE MICROTRAÇÃO

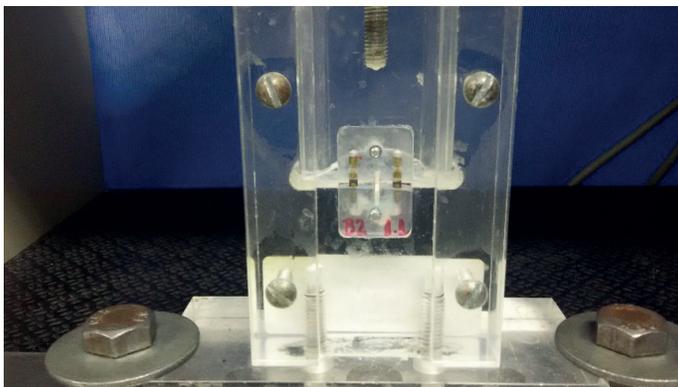
Para a avaliação da resistência de união um paquímetro digital foi utilizado para averiguação da área de secção transversal (altura e espessura) da interface dente-restauração e os palitos foram fixados ao dispositivo de microtração em Máquina de Ensaio Universal (EMIC Ltda., São José dos Pinhais, SP, Brasil), (Figura 10), com adesivo à base de cianocrilato (Super Bonder Gel, Loctite, Henkel Ltda., Itapevi, SP, Brasil) pelas suas extremidades, de modo a posicionar a área de união perpendicularmente ao longo eixo da força de tração. Os testes foram realizados com velocidade constante de 0,5 mm/min até a ruptura do palito. (Figuras 11 e 12).

Figura 11 – Interface Dente-Restauração e Palitos Fixados.



Fonte: Autoria própria.

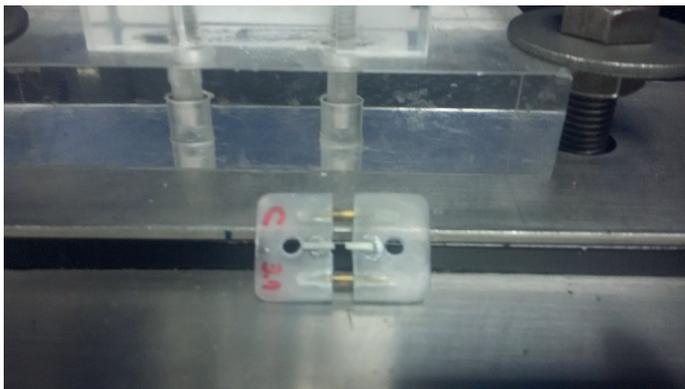
Figura 12 – Palitos Prontos Para o Teste Com Velocidade Constante de 0,5 mm/min até a ruptura do palito.



Fonte: Autoria própria.

Os palitos fraturados (Figura 13), foram avaliados em microscópio óptico EK3ST Eikonal Equipamentos Ópticos e Analíticos (São Paulo, SP, Brasil), o padrão das microfraturas que forma correlacionadas com as porcentagens dos tipos de fraturas em cada grupo experimental, com os valores obtidos de resistência de união.

Figura 13 – Palitos Fraturas e Prontos Para Análise Em Microscópico.



Fonte: Autoria própria.

Os valores obtidos em Kgf foram transformados em MPa utilizando-se a área de cada palito avaliado após medidos com o auxílio de paquímetro digital.

4.4 ANÁLISE ESTATÍSTICA

Previamente às análises, os dados de resistência da união foram avaliados quanto a normalidade pelo teste de kolmogorov-smirnov. Em seguida, foram submetidos à análise de variância a um critério. As comparações múltiplas foram efetuadas pelo teste de Tukey. Os cálculos estatísticos foram conduzidos adotando-se o nível de significância de 5% ($\alpha = 0,05$), no programa SigmaStat 3.5 (Systat Software Inc., San Jose, California, EUA).

RESULTADOS

A tabela 1 mostra os valores médios e o desvio padrão da resistência da união dos diferentes adesivos dentinários.

Tabela 1 – Média e desvio padrão dos valores de resistência da união, em Mega Pascal (MPa).

Adesivo	Resistência da União (MPa)
BAPO	32,0 (13,3) A
BAPO/DFI	31,0 (9,7) A
BAPO/Amina/DFI	25,7 (9,3) A
BAPO/Amina	8,6 (10,4) B
CQ/Amina	6,0 (3,1) B
CQ/Amina/DFI	5,7 (3,8) B

Médias seguidas por letras distintas indicam diferença significativa entre os materiais.

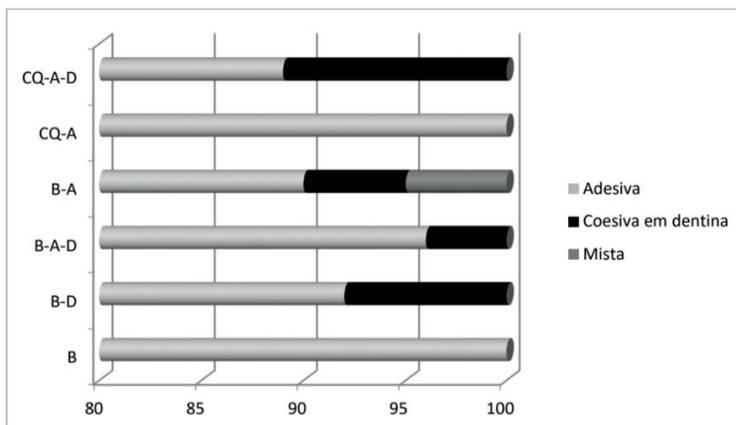
Fonte: Autoria própria

A análise de variância a um fator demonstrou que existiu diferença estatisticamente significativa nos valores de resistência da união entre os diferentes adesivos dentinários utilizados ($p < 0,01$).

De acordo com teste de Tukey, os adesivos contendo os sistemas fotoiniciadores BAPO; BAPO/DFI; BAPO/Amina/DFI demonstraram os maiores valores de resistência da união, não diferindo entre si. Enquanto os adesivos contendo os sistemas fotoiniciadores BAPO/Amina; CQ/Amina; CQ/Amina/DFI mostraram os valores mais baixos de resistência da união semelhantes entre si.

O gráfico 1 mostra a porcentagem dos tipos de falha ocorridos nas diferentes técnicas.

Gráfico 1 – Tipos de falha (%).



Fonte: Autoria Própria

O padrão de falha predominante para todos os adesivos avaliados foi a falha do tipo adesiva. Sendo que CQ/Amina/DFI obteve a menor porcentagem de falha adesiva (89%) e os adesivos B e CQ/Amina o maior (100%).

DISCUSSÃO

Em busca do sucesso dos tratamentos clínicos odontológicos, a qualidade da interface adesiva entre as resinas compostas e o remanescente dental tem sido alvo de diferentes estudos para melhorar sua ação. Dentro deste tema, o condicionamento do esmalte com ácido fosfórico, proposto por Buonocore (1995; Garcia, 2007), representou um grande marco na odontologia adesiva. Desta forma, vários pesquisadores vêm se dedicando ao desenvolvimento de novos conceitos na área da adesividade. (Nakabayashi, 2000; Nakabayashi, Pashley, 2000; Moszner et al., 2005).

O fotoiniciador mais utilizado na formulação de compósitos odontológicos é a canforoquinona (CQ) (Alvim et al., 2007; Asmusen et al., 2009; Ferracane, 2011) e, como pertencente ao tipo II (Aydin, 1999), necessita de um agente co-iniciador, para finalizar a sua polimerização, geralmente o mais usado é uma amina terciária (Tsai, Charney, 1969, Cook, 1992; Alvim et al., 2007). Uma das aminas comumente utilizadas é a dimetilamina metilmetacrilato (DMAEMA) (Stansbury, 2000).

O mecanismo de iniciação pela CQ, devido ao grupo dicetona, envolve a presença de um co-iniciador, normalmente um derivado de amina. Após a absorção de luz, a CQ é promovida a um estado excitatório denominado estado tripleto, que interage com um elétron ou próton doador de molécula, como uma amina terciária, para gerar radicais livres que são moléculas extremamente energéticas e responsáveis por iniciar o processo de polimerização (Brandt et al., 2011; Salgado et al., 2015).

Outro fotoiniciador é o derivado do óxido bissaquí fosfínico (BAPO). Possui qualidades como boa eficiência e não causa escurecimento (Rutsch et al., 1996). O BAPO não necessita de co-iniciadores em sua reação, pois gera radicais por fragmentação da molécula após absorção de luz em um processo direto de fotofragmentação, sendo pertencente ao tipo I (Aydin, 1999).

Os co-iniciadores fazem parte de um sistema químico que não absorve luz, mas participa na produção da espécie reativa. Apresentando as seguintes características: um alto potencial de oxidação ou de redução; alta reatividade na adição do radical à dupla ligação; não absorver luz no mesmo comprimento de onda de irradiação do fotoiniciador e não reagir nem interagir com o fotoiniciador e com os monômeros no estado fundamental (Fouassier, 1995).

O uso dos co-iniciadores, também conhecidos como agentes redutores, aumentam a velocidade ou cinética da reação (Brandt et al., 2010; Leprince et al., 2011). Por isso, o uso de sal de iodônio (DFI) poderia auxiliar a reação de polimerização onde existe pouca disponibilidade de luz (Shin, Rawls, 2009).

Para esse estudo, portanto, foram utilizados os fotoiniciadores: canforoquinona (CQ) e óxido bissaquí fosfínico (BAPO); associados ou não a diferentes combinações dos co-iniciadores: sal de iodônio (DPI) e amina (DMAEMA).

Os estudos de Bramra et al. (2010), Brandt et al. (2011), Miletic & Santini (2012) e Oliveira et al. (2015), analisaram a utilização do fotoiniciador BAPO e do coiniçador DFI, que são adesivos com fotoiniciadores modificados na composição, com intuito de aperfeiçoar as características mecânicas e estéticas dos agentes adesivos como materiais alternativos ao sistema convencionais utilizando CQ/amina. Resultado este, também encontrado nesse trabalho, onde o sistema formado entre BAPO/DFI, foi observado que a resistência de união na interfase adesiva, apresentando melhores resultados.

Além das melhoras dos sistemas adesivos utilizando o BAPO como fotoiniciador, os pesquisadores Ikemura & Endo (2010), mostraram em suas pesquisas que uma outra vantagem é a estética deste sistema em relação ao CQ/amina terciária. O BAPO não requer aminas terciárias, para participar como coiniçador da reação, porque a α -clivagem da ligação de carbono e fósforo (C-P), gera dois radicais livres capazes de iniciar a fotopolimerização. Além disto, o estudo mostra que quando o BAPO foi associado a amina, a resistência a união na interfase adesiva, fica comprometida.

Em relação a absorção da luz, O BAPO exige uma região de comprimento de onda próxima ao UV (365-416 nm) (Ikemura et al., 2008), ao passo que a CQ requer um espectro de luz na região visível (400 - 500 nm) (Ely et al., 2012). Unidades de luz halógenas emitem uma faixa mais ampla de comprimentos de onda do que os diodos emissores de luz (LED). Essa constatação sugere a necessidade do uso de uma fonte de luz halógena ou um dispositivo capaz de produzir uma faixa espectral mais ampla de emissão do que a dos LED tradicionais, quando BAPO está presente na composição de um material fotopolimerizável. O espectro de absorção dos fotoiniciadores é fundamental para prever o seu comportamento quando expostos a uma unidade de luz fotopolimerizadora específica, o que justifica o uso do VALO.

Esse recurso pode combinar mais facilmente com a maioria dos iniciadores e coiniçadores que requerem uma faixa de comprimentos de onda diferente do que a necessária para a CQ (Decker et al., 2001). Essa constatação sugere a necessidade do uso de uma fonte de luz halógena ou um dispositivo capaz de produzir uma faixa espectral mais ampla de emissão do que a dos LED tradicionais, quando BAPO está presente na composição de um material fotopolimerizável.

A fonte de luz VALO (Ultradent Products, Inc), utilizada neste estudo, é um sistema de luz LED, com potência que pode variar entre 1000 a 1400 mW/cm² e com intervalo de comprimento de onda entre 395 - 480 nm (Ultradent, 2012). Sendo, dessa forma, um fotopolimerizador adequado para a cura de sistemas adesivos contendo BAPO.

De acordo com teste de Tukey, os adesivos contendo os sistemas fotoiniciadores BAPO; BAPO/DFI; BAPO/Amina/DFI demonstraram os maiores valores de resistência da união, não diferindo entre si. Enquanto os adesivos contendo os sistemas fotoiniciadores BAPO/Amina; CQ/Amina; CQ/Amina/DFI mostraram os valores mais baixos de resistência da união semelhantes entre si. Besse et al (2016), comparou um sistema com BAPO e

outro com CQ/Amina em um teste de cisalhamento e os resultados foram semelhantes ao encontrado na pesquisa, ou seja, as maiores resistências foram encontradas com o BAPO.

Os resultados demonstram que o fotoiniciador BAPO oferece uma boa combinação das principais características de um fotoiniciador, como alto coeficiente de extinção molar na região de ativação; alta capacidade de gerar radicais livres; baixa degradação química antes e após a reação; além de não provocar amarelamento das resinas fotocuráveis, conforme descrito por autores como Fouassier (1995) e Allen (1996).

Apesar de que o sistema CQ/amina tem sido o “gold standard” nas restaurações dentárias, existem parâmetros que afetam a fotopolimerização desse material. A baixa concentração deste fotoiniciador, leva a resultados insatisfatório de polimerização. (Park et al., 1999; Alvim et al., 2007; Prakki et al., 2009; Brandt et al., 2011). O que corrobora com os resultados obtidos neste estudo.

Quanto ao padrão de falha, o predominante para todos os adesivos avaliados foi a falha do tipo adesiva, o mesmo resultado foi encontrado no trabalho de Torres et al (2017), independente dos sistemas fotoiniciadores utilizados. Sendo que CQ/Amina/DFI obteve a menor porcentagem de falhas adesivas (89%) e os adesivos B e CQ/Amina o maior (100%).

Mesmo que o sistema iniciador CQ/amina esteja interligado a um elevado tempo de exposição (Park et al., 1999; Alvim et al., 2007; Prakki et al., 2009; Sakaguchi et al., 2009; Brandt et al., 2011), e que o uso do DFI aumente o taxa de conversão e polimerização do composto (Ogliari et al., 2007; Shin, Rawls, 2009; Leal et al., 2012; Loguercio et al., 2013; Meereis et al., 2014; Meereis et al., 2016), o uso do DFI associado ao sistema CQ/Amina não foi capaz de auxiliar no padrão de falhas, produzindo falhas mais desfavoráveis. Mesmo melhorando o potencial de fotopolimerização, quando associado a CQ/DMAEMA ou CQ/EDMAB, como demonstrou os trabalhos de Aberdin et al (2016).

CONCLUSÃO

De acordo com os resultados deste estudo, pode-se concluir que:

1. Com exceção dos grupos contendo CQ e CQ/DFI, todos os outros aumentaram a resistência à microtração (RM) dos adesivos em relação ao grupo CQ/amina.
2. Os sistemas que continham o fotoiniciador BAPO apresentaram valores de resistência superiores àqueles demonstrados pelo sistema convencional contendo CQ.
3. Os sistemas que continham o co-iniciador AMINA pode interferir negativamente nos valores de resistência de união.
4. Os sistemas que continham o DFI apresentaram valores de resistência superiores ou equivalentes àqueles demonstrados pelos sistemas sem o DFI.
5. O uso do fotoiniciador BAPO aumenta a resistência à microtração em relação aos com CQ, principalmente, quando do uso co-iniciador AMINA terciária.

REFERÊNCIAS¹

Alberdin F, Ye Q, Song L, Ge X, Camarda K, Spencer P. Effect of Partition of Photo-initiator Components and Addition of Iodonium Salt on the Photopolymerization of Phase-Separated Dental Adhesive. *JOM*. 2016;68(4):1090-1099.

Albuquerque PP, Moreira AD, Moraes RR, Cavalcante LM, Schneider LF. Color stability, conversion, water sorption and solubility of dental composites formulated with different photoinitiator systems. *J Dent*. 2013 Aug;41(3):67-72.

Allen NS. Photoinitiators for UV and visible curing of coatings: Mechanisms and properties. *Journal of Photochemistry and Photobiology A. Chemistry*. 1996 Oct;100:101-107.

Alvim HH, Alecio AC, Vasconcellos WA, Furlan M, Oliveira JE, Saad JRC. Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade. *Dent Mater*. 2007;23:1245-9.

Aydin M, Arsu N, Yagci Y, Jockusch S, Turro NJ. Mechanistic study of photoinitiated free radical polymerization using thioxanthone thioacetic acid as one component type II photoinitiator. *Macromolecules*. 2005;38:4133-4138.

Andrade MG, Paliolol AR, Lancellotti AC, Aguiar HB, Watts DC, Gonçalves LS, et al. Effect of diphenyliodonium hexafluorophosphate on resin cements containing different concentrations of ethyl 4-(dimethylamino)benzoate and 2-(dimethylamino)ethyl methacrylate as co-initiators. *Dent Mat*. 2016 Apr;32(4):581-9.

Anusavice KJ. *Phillips materiais dentários*. 10ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998.

Anusavice KJ, Shen C, Rawls RH. *Phillips materiais dentários*. 12ª ed. Rio de Janeiro Elsevier; 2013.

Arikawa H, Takahashi H, Kanie T, Ban S. Effect of various light photoinitiators on the polymerization and color of light- activated resins. *Dent Mater J*. 2009;28(4):454-60.

Arso N, Aydin M. The effect of amines on the polymerization of methyl methacrylate. *Die angewandte makromolekulare chemie*. 1999;266(1):70-74.

Asmusen S, Arenas G, Cook WD, Vallo C. Photobleaching of camphorquinone during polymerization of dimetacrylate-based resins. *Dent Mater*. 2009;25:1603-11.

Atai M, Watts DC. A new kinetic model for the photopolymerization shrinkage-strain of dental composites and resin-monomers. *Dent Mater*. 2006;22:785-91.

Barghi N, Berry T, Hatton C. Evaluating intensity output of curing lights in private dental offices. *J. American Dental Association*. 1994; 125(7):992-996.

Besse V, Derbanne MA, Pham TN, Cook WD, Le Pluart L. Photopolymerization study and adhesive properties of self-etch adhesives containing bis(acyl)phosphine oxide initiator. *Dent Mat*. 2016 Apr;32(4):561-9.

¹ De acordo com o Manual de Normalização para Dissertações e Teses da Faculdade São Leopoldo de MAdic de 2014, baseado no estilo Vancouver, e abreviatura dos títulos de periódicos em conformidade com o Index Medicus.

- Bramra GS, Fleming GJ, Darvell BW. Influence of LED irradiance on flexural properties and vickers hardness of resin-based composite materials. *Dent Mater.* 2010;26:148-55.
- Brandt WC, Schneider LFJ, Frollini E, Correr-Sorinho L, Sinhoreti MA. Effect of different photo-initiators and light curing units on degree of conversion of composites. *Braz Oral Res.* 2010;24:263-70.
- Brandt WC, Silva CG, Frollini E, Souza Junior EJ, Sinhoreti MA. Dynamic mechanical thermal analysis of composite resins with CQ and PPD as photo-initiators photoactivated by QTH and LED units. *J Mech Behav Biomed Mater.* 2013;24:21-29.
- Brandt WC, Tomaselli LO, Correr Sobrinho L, Sinhoreti MA. Can phenylpropanedione influence Knoop hardness, rate of polymerization and bond strength of resin composite restorations? *J Dent.* 2011;39(6):438-47.
- Breschi L, Mazzoni A, Ruggeri A, Cadenaro M, Lenarda R, Stefano DE. Dental adhesion review: aging and stability of the bonded interface. *Dent Mater.* 2008;24(1):90-101.
- Caldarely PG, Beltrani FC, Pereira SK, Cardoso SA, Hoeppe MG. Light-curing units: evolution and clinical application – a literature review. *Odontol. Clín.-Cient.* 2011; 10(4) 317-321.
- Camargo MA, Silveira BL, Delfino CS, Zaroni WCS, Matos AB. Ensaio de microtração: uma revisão crítica da literatura. *Rev Inst Ciênc Saúde* 2007; 25(3):313-8.
- Carvalho RM, Carrilho MRO, Pereira LCG, Garcia FCP, Marquezeni Jr.L, silva SMA, et al. Sistemas adesivos: fundamentos para compreensão de sua aplicação e desempenho em clínica. *Biodonto* 2004; 2(1): 8-86.
- Carvalho RM. Sistemas adesivos: fundamentos para a compreensão de sua aplicação e desempenho em clínica. *Rev Bio Odonto.* 2004 Jan-Fev;2(1):8-74.
- Christensen T, Morisbak E, Tonnesen HH, Bruzell EM. In vitro photosensitization initiated by camphoquinone and phenyl propanedione in dental polymeric materials. *J Photoch Photobio B: Biology.* 2010;100:128-34.
- Cook WD. Photopolymerization kinetics of dimethacrylates using the camphorquinone/amine initiator system. *Polymer.* 1992;33(3):600-9.
- Corrales T, Catalina F, Peinado C, Allen NS. *Journal of photochemistry and photobiology A. Chemistry.*2003;159:103.
- Correa IC. Análise do grau de conversão de uma resina experimental fotopolimerizável: um estudo espectrofotométrico em função de diferentes fotoiniciadores e fontes de luz [tese]. São Paulo: Universidade de São Paulo; 2003.
- Cramer NB, Stansbury JW, Bowman CN. Recent advances and developments in composite dental restorative materials. *J Dent Res.* 2011;90(4):402-16.
- Decker C, Zahouily K, Decker D, Nguyen T, Viet THI. Performance analysis of acylphosphine oxides in photoinitiated polymerization. *Polymer.* 2001;42(18):7551-60.

Dewaele M, Asmussen E, Peutzfeldt A, Munksgaard EC, Benetti AR, Finné G, et al. Influence of curing protocol on selected properties of light-curing polymers: degree of conversion, volumer contraction, elastic modulus and glass transition temperature. *Dent Mater.* 2009;25:1576-84.

Ely C, Schneider LF, Ogliari FA, Schmitt CC, Correa IC, LimaGS, et al. Polymerization kinetics and reactivity of alternative initiators systems for use in light-activated dental resins. *Dent Mater.* 2012;28(12):1199–206.

Ferracane JL. Resin composite - state of the art. *Dent Mater.* 2011;27:29-38.

Fouassier JP. Photoinitiation, photopolymerization and photocuring : Fundamentals and applications. Munich: Carl Hanser Verlag; 1995.

Fusayama T, Nakamura M, Kurosaki N, Iwaku M. Non-pressure adhesion of a new adhesive restorative resin. *J Dent Res.* 1979;58(4):1364-70.

Garcia RN, Souza CRS, Mazucco PEF, Justino, LM, Schein MT, Giannini M. Avaliação da resistência de união de dois sistemas adesivos autocondicionantes – Revisão de literatura e aplicação do ensaio de microcisalhamento. *RSBO.* 2007; 4 (1):37-44.

Gonçalves LS, Moraes RR, Ogliari FA, Boaro L, Braga, RR, Consani S. Improved polymerization efficiency of methacrylate-based cements containing an iodonium salt. *Dental Mater.*2013; 22-56.

Gonçalves,J, Castanho GM, kimpara ET, Uemura ES, Alberto Cara A. Current adhesive systems and perspectives. *Revista Odonto • Ano 16, n. 31, jan. jun. 2008, São Bernardo do Campo, SP, Metodista.*

Harada N, Nakajima M, Pereira NRP, Yagamushi S, Ogata M, Tagami J. Tensile bond strength of a newly developed one-bottle self-etching resin bonding system to various dental substrates. *Dentistry in Japan.* 2000;36:47-53.

Ikemura K, Endo T. A review of the development of radical photopolymerization initiators used for designing light-curing dental adhesives and resin composites. *Dent Mater J.* 2010 Oct;29(5):481-501.

Ikemura K, Ichizawa K, Jogetsu Y, Endo T. Synthesis of a novel camphorquinone derivative having acylphosphine oxide group, characterization by UV-Vis spectroscopy and evaluation of photopolimerization performance. *Dent Mater J.* 2010;29(2):122-31.

Ikemura K, Ichizawa K, Yoshida M, Ito S, Endo T. UV-VIS spectra and photoinitiation behaviors of acylphosphine oxide and bisacylphosphine oxide derivatives in unfilled, light-cured dental resins. *Dent Mater J.* 2008;27(6):765-74.

Ilie N, Hickel R. Can CQ be completely replaced by alternative initiators in dental adhesives? *Dent Mater J.* 2008;27(2):221-8.

Ilie N, Hickel R. Resin composite restorative materials. *Aust Dent J.* 2011;56(1):59- 66.

Jakubiak J, Allonas X, Fouassier JP, Sionkowska A, Andrzejewska E, Linden LA, Rabek JF. Camphorquinone – amines photoinitiating systems for the initiation of free radical polymerization. *Polymer.* 2003;44:5219-26.

Kuniol, Takeshi E. A review of the development of radical photopolymerization initiators used for designing light-curing dental adhesives and resin composites. *Dent Mater.* 2010;29:481-501.

- Kwon TY, Bagheri R, Kim YK, Kim KH, Burrow MF. Cure mechanisms in materials for use in esthetic dentistry. *J of Investigative and Clinical Dentistry*. 2012;3:3-16.
- Laxe CA, Brum CS, Oliveira SR, Goyatá RF. Self-etching adhesive systems. *International J of Dentistry*. 2007 Jan-Mar;6(1):25-29.
- Leal FB, Lima GS, Collares FM, Samuel SM, Petzhold CL, Piva E, Oglari FA. Iodonium salt improves the dentin bonding performance in an experimental dental adhesive resin. *Int J Adhes Adhesives*. 2012;38:1-4.
- Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferrance JL, Devaux J, Leloup G, et al. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent Mater*. 2011;27:157-64.
- Loguercio AD, Stanislawczuk R, Mittelstadt FG, Meier MM, Reis A. Effects of diphenyliodonium salt addition on the adhesive and mechanical properties of an experimental adhesive. *J Dent*. 2013;41(7):653-658.
- Meerbeek VB, Landuyt VK, Munck J, Hashimoto M, Peumans M, Lambrechts P et al. Technique-sensitivity of contemporary adhesives. *Dent Mater*. 2005;24(1):1-13.
- Meereis CT, Leal FB, Lima GS, Carvalho RV, Piva E, Oglari FA. BAPO as an alternative photoinitiator for the radical polymerization of dental resins. *Dental Mater*. 2014 May;30(9):945-953.
- Meereis CT, Leal FB, Oglari FA. Stability of initiation systems in acidic photopolymerizable dental material. *Dent Mat*. 2016 Apr; 32(4):590-9.
- Miletic V, Santini A. Micro-raman spectroscopic analysis of the degree of conversion of composite resins containing different initiators cured by polywave or monowave LED units. *J Dent*. 2012;40:106-13.
- Moin Jan C, Nomura Y, Urabe H, Okazaki M, Shintani H. The relationship between leachability of polymerization initiator and degree of conversion of visible light-cured resin. *J Biomed Mater Res*. 2001; 58: 42-6.
- Moreno BP, Resistência de união de sistemas adesivos experimentais contendo fotoiniciadores alternativos: estudo in vitro [monografia]. Natal: UFRN; 2015.
- Moszner N, Salz U, Zimmermann J. Chemical aspects of self-etching enamel - dentin adhesives: A systematic review. *Dent Mater*. 2005;21:895-910.
- Munck J, Van LK, Peumans M, Poitevin A, Lambrechts P, Braem M et al. A critical review of the durability of adhesion to tooth tissue: methods and results. *J Dent Res*. 2005;84(2):118-32.
- Nakabayashi N, Pashley, DH. *Hibridização dos tecidos dentais duros*. São Paulo. Quintessence Editora. 2000;129.
- Neumann MG, Miranda JR WG, Schmitt CC, Ruggenberg FA, Correa IC. Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. *J Dent*. 2005 July;33(6):525-32.

- Neumann MG, Schmitt CC, Ferreira GC, Correa IC. The initiating radical yields and the efficiency of polymerization for various dental photoinitiators excited by different light curing units. *Dent Mater.* 2006 Jun;22(6):576-84.
- Nomura Y et al. Thermal analysis of dental resins cured with blue light-emitting diodes (LEDs). *J. Biomed. Mat. Res.* 2002 Jan;63(2):209-213.
- Ogliari FA, Ely C, Petzhold CL, Demarco FF, Piva E. Onium salt improves the polymerization kinetics in an experimental dental adhesive resin. *J Dent.* 2007;35(7):583-7.
- Oliveira DC, Rocha MG, Gatti A, Correr AB, Ferracane JL, Sinhoret MA. Effect of different photoinitiators and reducing agents on cure efficiency and color stability of resin-based composites using different LED wavelengths. *J Dent.* 2015 Dec;43(12):1565-72.
- Park SH, Krefci I, Lutz F. Microhardness of resin composites polymerized by plasma arc or conventional visible light curing. *Oper. Dent.*, 2002 Jan/Feb; 27(1):5-30.
- Park YJ, Chae KH, Ralws HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. *Dent Mater.* 1999;15:120-7.
- Park YJ, Ye Q, Topp EM, Misra A, Kieweg SL, Spencer P. Effect of photoinitiator system and water content on dynamic mechanical properties of a light-cured bisGMA/HEMA dental resin. *J Biomed Mater Research.* 2009;1245-51.
- Parkki A, Pereira PNR, Kalachandra S. Effect of propionaldehyde or 2,3-butanedione additives on the mechanical properties of Bis-GMA analog-based composites. *Dent Mater.* 2009;25:26-32.
- Pashley DH, Tay FR. Agressiveness of contemporary self-etching adhesives. Part II: etching affects on unground enamel. *Dent Mater.* 2001 sept;17(5):430-44.
- Perdigão J, Gomes G, Lopes M. Influence of conditioning time on enamel adhesion. *Quintessence International.* 2006;37(1):35-41.
- Rabello TB. Estudo comparativo da ação de diferentes filosofias adesivas em esmalte e dentina de dentes humanos permanentes [tese]. Rio de Janeiro: Universidade Federal do Rio de Janeiro; 2003.
- Reis A, Santos JE, Loguercio A, Bauer JRO. Eighteen-month bracket survival rate: conventional versus self-etch adhesive. *The European J of Orthodontics.* 2008;30(1): 94-99.
- Rueggeberg FA. State-of-the-art: dental photocuring - a review. *Dent Mater.* 2011;27;39-52.
- Rutsch W, Dietliker K, Leppard D, Misev M, Kolczac U, Rist G. Recent developments in photoinitiators. *Progress in Organic Coatings.* 1996;27;227-39.
- Sakaguchi RL, Musanje L, Ferracane JL. Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. *Dent Mater.* 2009;25:994-1000.
- Salgado VE, Borba MM, Cavalcante LM, Moraes RR, Schneider LF. Effect of photoinitiator combinations on hardness, depth of cure, and color of model resin composites. *J Esthet Restor Dent.* 2015 Mar-Apr;27(1):41-8.

- Salz U, Zimmermann J, Salzer T. Self-curing, self-etching adhesive cement systems. *J Adhes Dent*. 2005;7(1):7-17.
- Sano H, Shono T, Sonoda H, Takatsu T, Ciucchi B, Carvalho R, et al. Relationship between surface area for adhesion and tensile bond strength – evaluation of a micro-tensile bond test. *Dent Mater*. 1998; 10(4): 236-40.
- Schneider LF, Cavalcante LM, Consani S, Ferracane JL. Effect of co-initiator ratio on the polymer properties of experimental resin composites formulated with camphorquinone and phenyl-propanedione. *Dent Mater*. 2009 Mar;25(3):369-75.
- Schneider LF, Cavalcante LM, Prahl AS, Pfeifer CS, Ferracane JL. Curing efficiency of dental resin composites formulated with camphorquinone or trimethylbenzoyl-diphenyl-phosphine oxide. *Dent Mater*. 2012;28(4):392-9.
- Shin DH, Rawls HR. Degree of conversion and color stability of the light curing resin with new photoinitiator systems. *Dent Mater*. 2009;25:1030-8.
- Silva EH, Albuquerque RC, Lanza LD, Vieira GC, Peixoto RT, Alvim HH, Yoshida MI. Influence of different light sources on the conversion of composite resins. *Indian J Dent Res*. 2011;22(6):790-794.
- Silveira FL. Efeito do tipo de fonte de Luz sobre propriedades físicas de cimentos resinosos experimentais contendo diferentes sistemas fotoiniciadores [dissertação]. Taubaté: Universidade de Taubaté; 2012.
- Sodré SC. Materiais autocondicionantes: características gerais e desenvolvimento de sistemas fotoiniciadores alternativos [dissertação]. Rio de Janeiro: Universidade Veiga de Almeida; 2014.
- Stansbury JW. Curing dental resin and composites by photopolymerization. *J Esthet Dent*. 2000;12(6):300-8.
- Tay FR, Pashley DH. Aggressiveness of contemporary self-etching systems. *July*. 2001;17(4):296-308.
- Tatim LM, Coelho U, Jimenez EEO, Divardim S. Influencia da velocidade de carga nos testes de cisalhamento em colagem de braquetes. *Rev Ortho Science*. 2010;3(9):9-15.
- Timpe HJ, Ulrich S, Decker C, Fouassier JP. Photoinitiated polymerization of acrylates and methacrylates with decahydroacridine-1,8-dione/onium salt initiator systems. *Macromolecules*. 1993;26(17):4560-6.
- Torres GB, Silva TM, Basting RT, Bridi EC, França FMG, Turssi CP, Amaral BFLB, Gonçalves SEP, Basting RT. Resin-dentin bond stability and physical characterization of a two-step self-etching adhesive system associated with TIF₄. *Dent Mater*. 2017;33(10):1157-1170.
- Tsai L, Charney E. The triplet state of α -dicarbonyls. *J Phys Chem*. 1969;73:2462-5.
- Turgut S, Bagis B. Color stability of laminate veneers: an in vitro study. *J Dent*. 2011;39:57-64.
- Ultradent Products. VALO LED Curing Light [online]. South Jordan : EUA; 2012 [citado 2015 out 01]. Disponível em: <https://www.ultradent.com/pt-br/Product Instruction Documents/VALO LED Curing Light - Brazil.pdf>

Van MB, Munck J, Yoshida Y, Inoue S, Vargas M, Vijay P. Buonocore memorial lecture. Adhesion to enamel and dentin: current status and future challenges. *Oper Dent*. 2003;28(3):215-235.

Van MB, Peumans M, Poitevin A, Mine A, Van EA, Neves A et al. Relationship between bond-strength tests and clinical outcomes. *Dent Mater*. 2010;26(2):100-21.

Van MB, Yoshihara K, Yoshida Y, Mine A, Munck J, Van LKL. State of the art of self-etch adhesives. *Dent Mater*. 2011;27(1):17-28.

Wang Y, Spencer P, Yao X, Ye Q. Effect of coinitiator and water on the photoreactivity and photopolymerization of HEMA/camphoquinone-based reactant mixtures. *J Biomed Mater Res A*. 2006;78:721–728.

Yoshida Y, Nagakane K, Fukuda R, Nakayama Y, Okazaki M, Shintani H et al. Comparative study on adhesive performance of functional monomers. *J Dent Res*. 2004;83:454–8.

Resistência de união da **Interface Adesiva**

à microtração usando adesivos experimentais
com diferentes **sistemas fotoiniciadores**
e co-iniciadores

-  www.atenaeditora.com.br
-  contato@atenaeditora.com.br
-  [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
-  www.facebook.com/atenaeditora.com.br

Resistência de união da **Interface Adesiva**

à microtração usando adesivos experimentais
com diferentes **sistemas fotoiniciadores**
e co-iniciadores

-  www.atenaeditora.com.br
-  contato@atenaeditora.com.br
-  [@atenaeditora](https://www.instagram.com/atenaeditora)
-  www.facebook.com/atenaeditora.com.br