

# Influência da fotopolimerização e termociclagem na adesão de compósitos ortodônticos

*Influence of photopolymerization and thermocycling on the adhesion of orthodontic composites*

**Michela Melissa Duarte Seixas Sostena**

Doutora em Ciência dos Materiais da Unesp/Ilha Solteira

**Alailson Domingos dos Santos**

Professor da Funec/Santa Fé do Sul

**José Carlos Barbosa**

Professor Titular do Departamento de Ciências Exatas da UNESP/Jaboticabal

**Keizo Yukimitu**

Professor Livre Docente do Departamento de Física e Química da Unesp/Ilha Solteira

**João Carlos Silos Moraes**

Professor Titular do Departamento de Física e Química da Unesp/Ilha Solteira

## RESUMO

Neste trabalho avaliou-se a influência de choques térmicos e fatores relacionados à fotopolimerização na adesão de acessórios ortodônticos ao dente. Para tanto, foram utilizados três compósitos adesivos comerciais. Foram utilizadas duas fontes de luz LED para polimerização dos compósitos com diferentes tempos de exposição à irradiação. As amostras foram divididas em dois grupos, sendo um deles sujeito à termociclagem. A adesão dos compósitos foi avaliada através da resistência ao cisalhamento. Entre os compósitos estudados, Fill Magic e Transbond mostraram o mais baixo e o mais alta resistência ao cisalhamento, respectivamente. A fonte de luz com maior densidade de potência promoveu a maior resistência ao cisalhamento. A resistência ao cisalhamento dos compósitos Fill Magic e Ortho Lite foi influenciada pela termociclagem.

**Palavras-chave:** resistência ao cisalhamento; compósitos; fotopolimerização.

## ABSTRACT

*This study evaluated the influence of thermal shock, and factors related to photopolymerization on the adhesion of orthodontic accessories to teeth. Three light-cured composite adhesives were used. Two LED light sources were used to cure the adhesive composites at different times of the light irradiation. The samples were divided into two groups, with one group subjected to thermocycling. The adhesion of the composites was evaluated through shear bond strength. Fill Magic and Transbond showed the lowest and highest shear bond strength, respectively. The light-curing unit with higher power density promoted greater shear bond strength. The shear bond strength of the Fill Magic and Ortho Lite adhesives was influenced by thermocycling.*

**Keywords:** shear bond strength; composites; photopolymerization.

## Agradecimentos

Os autores agradecem, respectivamente, a CAPES, CNPq e FAPESP pelo suporte financeiro.

## Introdução

Compósitos adesivos fotoativados são amplamente usados na Ortodontia pela facilidade de manuseio, menor tempo de procedimento clínico e maior tempo para o posicionamento do acessório durante fixação ao dente (2, 9). É imprescindível que o adesivo ortodôntico seja capaz de manter os acessórios firmemente aderidos aos dentes durante o tratamento, resistindo às forças ortodônticas e decorrentes da mastigação (3).

Ensaio mecânicos de cisalhamento são amplamente usados para investigar a adesão de adesivos ortodônticos por representarem aproximadamente a situação clínica. Estudos anteriores (5, 12) sugerem 6 MPa como força de adesão mínima para que um adesivo ortodôntico possa ser utilizado clinicamente.

O processo de polimerização é um fator importante na colagem de bráquetes à superfície do dente. O processo inicia quando o compósito é exposto à luz, excitando o fotoiniciador (geralmente a canforquinona) que desencadeia subsequentes reações que proporcionam a formação de radicais livres que darão início a reação de polimerização (8). O comprometimento deste processo pode afetar significativamente a formação de radicais livres e, conseqüentemente, a cura do material. A subpolimerização pode reduzir a resistência mecânica do material, bem como afetar a biocompatibilidade do material resinoso com os tecidos orais. Eficiente polimerização depende de fatores como intensidade, tempo de exposição à luz e espectro de emissão da fonte de luz. A intensidade da luz (também chamada de densidade de potência ou irradiância) é expressa em mW/cm<sup>2</sup>, que é a razão entre a potência média da fonte e área da ponteira ativa. Por outro lado, a densidade de energia representa a quantidade de energia fornecida a uma dada superfície irradiada, expressa em J/cm<sup>2</sup>, que é o produto da densidade de potência do aparelho pelo tempo de exposição da superfície à luz. Segundo RUEGGERBERG *et al.* (13), uma densidade de potência de 400 mW/cm<sup>2</sup> produz polimerização adequada e 233 mW/cm<sup>2</sup> seria a potência mínima para evitar comprometimento da polimerização do material.

Além disso, o compósito desempenha sua função no ambiente bucal, que é caracterizado por mudanças de pH, pela umidade e, particularmente, por mudanças térmicas. Estes fatores devem ser considerados porque eles podem influenciar as propriedades físicas e mecânicas do material (4, 10, 14). Termociclagem é um processo *in vitro* que reproduz as mudanças de temperatura e umidade que ocorrem comumente na cavidade oral quando alimentos quentes e frios são ingeridos.

O objetivo principal deste estudo foi avaliar a influência de choques térmicos, tempo de exposição à luz e a densidade de potência da fonte de luz na adesão de três compósitos fotoativados utilizados na fixação de acessórios ortodônticos.

## Material e Método

O protocolo deste estudo foi aprovado pelo Comitê de Ética em Pesquisa da Faculdade de Odontologia da Unesp, Campus de Araçatuba (Proc. 2009/01161).

Para esta investigação foram utilizados trezentos pré-molares humanos, cujas superfícies foram limpas com auxílio de uma lâmina de bisturi nº 15. Os dentes foram lavados e armazenados em frasco plástico com água des-

tilada, a qual foi trocada semanalmente, até o momento do preparo das amostras para os testes. Previamente à colagem dos bráquetes, os dentes foram lavados com água destilada e armazenados em solução de formalina a 10% por 40 horas, em temperatura ambiente, para a desinfecção conforme norma ISO/TR 11405 (6). Para a colagem dos bráquetes, os dentes foram submetidos a um tratamento de profilaxia das superfícies com pedra pomes (S.S.White - Rio de Janeiro - RJ - Brasil) de granulação fina e água, com o auxílio de uma escova do tipo Robinson, por 15 s, aproximadamente, seguida de lavagem e secagem pelo mesmo tempo com seringa tríplice (Gnatus - Ribeirão Preto - SP - Brasil). Foi realizado o condicionamento ácido da superfície vestibular de cada dente, numa área correspondente ao tamanho da base do bráquete, com ácido fosfórico (FGM - Joinville - PR - Brasil) na forma de gel, numa concentração de 37%, durante 30 s. Logo após, o esmalte foi lavado com jato de água por 15 s e seco pelo mesmo tempo, usando a seringa tríplice.

Para cada compósito, 100 dentes foram aleatoriamente e igualmente divididos em 10 grupos ( $n = 10$ ) (Tabela I). Para cada tempo de exposição e fonte de luz, um grupo foi submetido à termociclagem (CT) antes do teste mecânico e o outro não (ST).

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

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

ST = Sem tratamento; CT = Com tratamento

Os bráquetes foram fixados ao dente seguindo recomendações do fabricante. Os sistemas adesivos usados são apresentados na Tabela II. O adesivo foi aplicado na base do bráquete metálico (referência 10.30.208, Dental Morelli, Sorocaba, SP, Brasil), que foi posicionado na superfície vestibular utilizando-se uma pinça posicionadora ortodôntica (referência 75.01.22, Dental Morelli, Sorocaba, SP, Brasil) com pressão manual suficiente para adaptá-lo e proporcionar escoamento do excesso de resina. Após remoção do material em excesso, o filme adesivo foi então irradiado dividindo o tempo de exposição igualmente entre as faces mesial e distal do bráquete.

**Tabela II.** Características dos compósitos avaliados

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

Duas fontes tipo LED foram utilizadas para a fotopolimerização dos compósitos: Free Light II Elipar (3M ESPE, Seefeld, Germany) com 232 mW/cm<sup>2</sup> de densidade de potência (aqui nomeada de F1) e uma Optilight LDIII (Gnatus, Ribeirão Preto, SP, Brasil) com 52 mW/cm<sup>2</sup> (nomeada de F2). A potência de cada fonte foi medida usando um medidor de potência da Melles Griot (modelo 13PEM001; Albuquerque, NM, USA). A fonte F1 foi usada com um tempo de exposição de 40 s uma vez que esta fonte fornece a densidade de potência mínima sugerida por RUEGGERBERG *et al.* (13). Por outro lado, tempos de exposição de 40, 60, 90 e 120 s foram utilizados com a fonte F2, devido sua baixa densidade de energia.

Após a colagem dos bráquetes, os dentes tiveram suas raízes incluídas em uma forma cilíndrica de PVC com dimensões de 2,5 cm de diâmetro e 2,0 cm de altura, a qual foi preenchida com resina acrílica auto polimerizante JET (Clássico - São Paulo - SP - Brasil). Para tanto, um dispositivo, desenvolvido em laboratório (Figura 1), foi utilizado para posicionar o dente



na resina acrílica de forma a manter o paralelismo da superfície vestibular com o eixo de inclusão do dente, assegurando desta forma o paralelismo entre a linha de aplicação da força e a superfície de colagem.

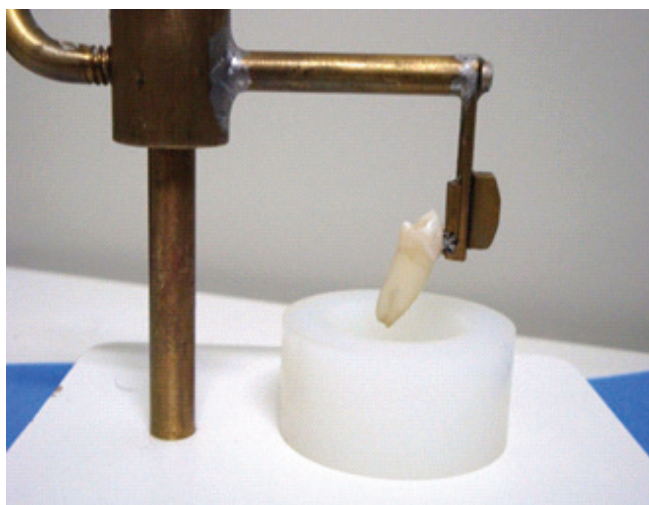


Figura 1. Dispositivo utilizado para a inclusão dos dentes

Após a cura da resina acrílica, todos os grupos foram armazenados em uma câmara, protegidos da luz, à temperatura de  $37 \pm 1$  °C por 48 h. Após este período, metade dos grupos foi submetida a tratamento térmico (termociclagem) antes dos testes. A termociclagem foi realizada com a imersão das amostras em tanques com água destilada na temperatura de 5, 37 e 60°C. O tempo de imersão em cada tanque foi de 15 s. Este processo foi realizado durante uma hora, com aproximadamente 42 ciclos/hora, com uma pausa de três horas na temperatura de 37°C; após cada pausa, o processo foi repetido quatro vezes ao dia durante três dias, totalizando 504 ciclos. O tratamento térmico foi realizado desta forma com a finalidade de simular as refeições diárias e o intervalo entre as mesmas. A termociclagem foi realizada em um equipamento MSCT-3 (Marcelo Nucci ME, São Carlos, SP, Brazil).

A adesão foi avaliada através ensaio mecânico de cisalhamento, usando uma máquina universal modelo DL2000 (EMIC, São José dos Pinhais, PR, Brasil), usando velocidade de carga de 0,5 mm/min. Os ensaios seguiram critérios da norma ISSO/TRI11405 (ISO, 1994) (6).

Os dados obtidos foram submetidos à análise de Variância (Anova) pelo teste F, seguido por teste de Tukey, com significância de 5% ( $\alpha = 0,05$ ).

## Resultados

A análise estatística dos resultados da resistência ao cisalhamento ( $\tau$ ) é apresentada nas Tabelas III e IV. A Tabela III apresenta o resultado da análise da interação Fonte/Material, considerando as fontes F1 (40 s) e F2 (40 e 120 s). Com relação ao fator *Fonte*, independente dos compósitos, a diferença foi significativa ( $p < 0,01$ ) somente para F1-40s/F2-40s na série ST (segunda coluna) e F1-40s/F2-120s para CT (última coluna). O maior valor de  $\tau$  ( $= 17,46$  MPa) foi obtido com F2-120s na condição CT, embora a combinação F1-40s fornece maior densidade de energia (9,28 J/cm<sup>2</sup>) ao filme adesivo.

O teste F foi significativo ( $p < 0,01$ ) para o fator *Material*, independente da fonte de luz e condições de temperatura e umidade. Em ambas as condições de tratamento térmico (ST e CT), o adesivo Transbond mostrou valor médio de resistência ao cisalhamento significativamente superior ao dos outros dois compósitos. O compósito Fill Magic apresentou o menor valor (9,59 MPa), exceto para F1-40s/F2-40s na condição CT (quarta coluna).

Tabela III. Análise da interação Fonte X Material na resistência ao cisalhamento ( $\tau$ )

Fonte/Material	$\tau$ (MPa)			
	F1-40s/ F2-40s	F1-40s/ F2-120s	F1-40s/ F2-40s	F1-40s/ F2-120s
F1 - 40s	15.52 a	15.52 a	15.45 a	15.45 a
F2 - 40s	11.62 b		13.97 a	
F2 - 120s		13.80 a		17.46 b
Fonte Teste F	15.32 **	2.67 NS	3.10 NS	4.53 **
Fill Magic	9,59 A	11,67 A	14,12 A	14,96 A
Ortho Lite	14,29 B	13,65 A	13,19 A	16,18 AB
Transbond	16,82 B	18,66 B	16,82 B	18,22 B
Material Teste F	18,08 **	15,75 **	6,69 **	4,05 **
Interação	2,98 NS	0,39 NS	11,07 **	8,55 **

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

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

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

A Tabela IV mostra o resultado obtido para a interação *Material/Tempo de Exposição* para a fonte F2. O teste F foi significativo para os efeitos Material e Tempo de Exposição em ambas as condições avaliadas (ST and CT). Os menores e maiores valores de  $\tau$  foram obtidos para os compósitos Fill Magic e Transbond, respectivamente. Para a condição ST, não houve diferença estatisticamente significativa nos valores de  $\tau$  obtidos para os tempos de exposição 40, 60 e 120 s. Os tempos 90 e 120 s proporcionaram valores estatisticamente superiores de resistência ao cisalhamento na condição CT.

Os resultados da análise de Variância para a resistência ao cisalhamento mostraram que as interações *Fonte/Material* e *Material/Tempo de Exposição* foram significantes ( $p < 0.01$ ) nas condições CT e ST, respectivamente.

**Tabela IV.** Análise da interação Material X Tempo, estudando os efeitos compósito e tempo para a variável Cisalhamento, com a fonte F2

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

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

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

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

Embora a termociclagem tenha aumentado os valores da resistência ao cisalhamento para a maioria das combinações *Fonte/Tempo de Exposição*, o aumento foi estatisticamente significativo somente nas combinações F1-40s e F2-40s para os compósitos Fill Magic e Transbond; F2-90s para o Transbond e F2-120s para o Ortho Lite (Tabela V).

## Discussão

Os três adesivos ortodônticos avaliados no presente estudo alcançaram valores aceitáveis de resistência ao cisalhamento ( $> 6$  N/mm<sup>2</sup>), mas mostraram diferença significativa no comportamento mecânico, independente das condições de tratamento. O compósito Fill Magic apresentou os menores valores de resistência, enquanto o Transbond os maiores. Estudos prévios reportam que a resistência ao cisalhamento de adesivos ortodônticos é influenciada pela quantidade e tamanho de partículas de carga presente no material (5, 7, 11). Os compósitos Fill Magic, Ortho Lite e Transbond contêm 38,1, 70 e 74,6% em massa de partículas de carga, respectivamente. Portanto, a melhor performance da Transbond é devido ao maior conteúdo inorgânico em sua composição. Por outro lado, o menor conteúdo inorgânico no adesivo Fill Magic resultou nos menores valores de resistência ao cisalhamento.

Nossos achados também indicam que os fatores fonte de luz e tempo de exposição influenciaram a performance mecânica dos adesivos ortodônticos. Embora ambas as fontes sejam do tipo LED, F1 possui uma densidade de potência (232 mW/cm<sup>2</sup>) 4,5 vezes maior do que a fonte F2 (52 mW/cm<sup>2</sup>). CERKJA & CAKIRE (4) concluíram que, para fontes de luz com alta potência, o tempo de exposição pode ser reduzido sem comprometer a resistência ao cisalhamento de bráquetes metálicos. Os valores da resistência ao cisalhamento obtido com a fonte F2 somente aproximaram daqueles da fonte F1 para os tempos de exposição de 90 e 120 s. Em geral, maiores densidades de energia levam a maiores valores de resistência ao cisalhamento.

A termociclagem não causou redução nos valores da resistência ao cisalhamento dos três materiais avaliados, como também observado em outros adesivos ortodônticos (1). No entanto, o comportamento desses materiais foi influenciado pela termociclagem, como mostra a figura 2. Na condição ST (figura 2a), a Fill Magic atingiu um máximo valor de resistência ao cisalhamento em torno do tempo de 90 s de exposição. A Transbond atingiu um valor mínimo em torno de 60 s e um

valor máximo em torno de 110 s. Por outro lado, a Ortho Lite teve um comportamento consistente, ou seja, o valor de resistência ao cisalhamento manteve-se constante na média. Na condição CT (figura 2b), houve mudança de comportamento dos compósitos Fill Magic e Ortho Lite. A Fill Magic passou a ter um comportamento constante enquanto a Ortho Lite um comportamento linear com o tempo de exposição. O compósito Transbond, por sua vez, comportou-se da mesma maneira exceto que as posições de mínimo e máximo foram levemente deslocadas.

O único valor de resistência ao cisalhamento próximo ao mínimo requerido para colagem ortodôntica (6 MPa) foi obtido com o compósito Fill Magic quando curado com a fonte F2, com tempo de 40 s e na condição ST. No entanto, na condição CT, a resistência ao cisalhamento dobrou de valor. O aumento observado na resistência ao cisalhamento do compósito Fill Magic, após termociclagem, indica que o material sofreu pós-cura e com a variação da umidade e temperatura, uma polimerização adicional melhorou a propriedade mecânica avaliada.

Tabela V. Comparação dos valores de  $\tau$  obtidos nas condições ST e CT

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

Médias seguidas pelas mesmas letras minúsculas na mesma linha indicam que não há diferença significativa pelo teste Tukey a 5% de probabilidade; NS = não significativa a 5% de probabilidade ( $p > 0,05$ ); \*\* = significativa a 1% de probabilidade ( $p < 0,01$ ).

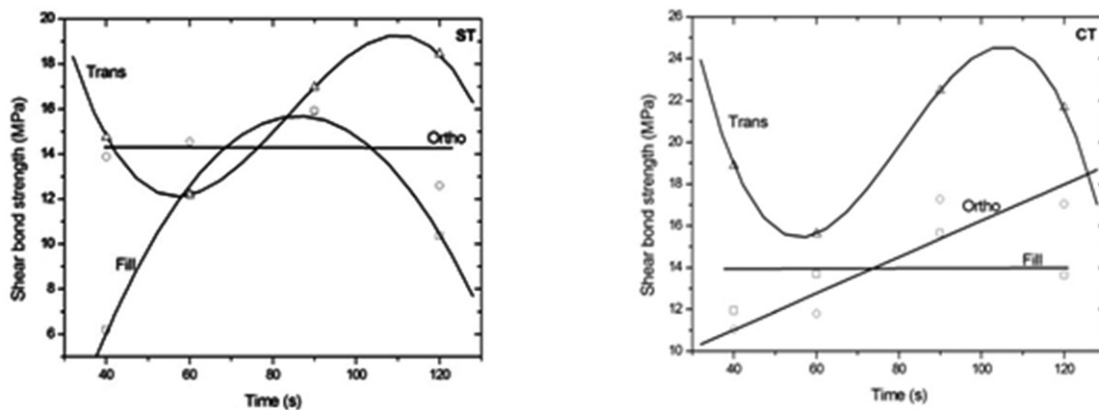


Figura 2. Efeito do tempo de exposição na resistência ao cisalhamento dos compósitos avaliados nas condições (a) ST e (b) CT

## Conclusão

O compósito Transbond mostrou maior resistência ao cisalhamento, independentemente das condições avaliadas. A fonte de luz com maior densidade de potência levou a maiores valores de resistência ao cisalhamento. A densidade de energia foi fator relevante, indicando que as densidades de 6,24 J/cm<sup>2</sup> (fonte F2, 120 s) e 9,28 J/cm<sup>2</sup> (fonte F1, 40 s) produziram maior resistência ao cisalhamento. As condições de umidade e temperatura mudaram o comportamento dos adesivos ortodônticos Fill Magic e Orto Lite e, em geral, promoveu maior adesão do bráquete à superfície do dente.

## Referências ::

1. AGUILAR, L. T., REZENDE, N. P. M., REIS, A. *et al.* Tensile Bond strength of adhesive systems: effects of primer and thermocycling. *Pesqui. Odontol. Bras.* 2002; 16: 37-42.
2. BISHARA, S. E., AJLOUNI, R., OONSOMBAT, O. Evolution of a new curing light on the shear bond strength of orthodontic brackets. *Angle Orthod.* 2003; 73: 431-5.
3. BISHARA, S. E., AJLOUNI, R., LAFFOON, F. Effect of thermocycling on the shear bond strength of a cyanoacrylate orthodontic adhesive. *Am. J. Orthod. Dentofacial. Orthop.* 2003; 123: 21-4.
4. CEREKJA, E., CAKIRER, B. Effect of short curing times with a high-intensity light-emitting diode or high-power halogen on shear bond strength of metal brackets before and after thermocycling. *Angle Orthod.* 2011; 81: 510-6.
5. FALTERMEIER, A., ROSENTRITT, M., FALTERMEIER, R. *et al.* Influence of filler level on the bond strength of orthodontic adhesives. *Angle Orthod.* 2007; 77: 494-98.
6. International Organization for Standardization. ISO – TR 11405: Dental Materials – Guidance on testing of adhesion to tooth structure. Switzerland, 1994.
7. Li, Y., SWARTZ, M. L., PHYLLIPS, R. W. *et al.* Material science effect of filler content and size on properties of composites. *J. Dent Res.* 1985; 64: 1396-1401.
8. MORAES, J. C. S., SOSTENA, M. M. D. S., GRANDINI, C. R. The glass transition temperature in dental composites. In: John Cuppoletti editor. *Metal, ceramic and polymeric composites for various uses.* Croatia: Intech; 2011; 669-84.
9. OWENS JR., S. E., MILLER, B. H. A comparison of shear bond strength of three visible light-cured orthodontic adhesives. *Angle Orthod.* 2000; 70: 352-6.
10. PITHON, M. M., SANTOS, R. L., RUELLOAS, A. C. O. *et al.* One-component self-etching primer: a seventh generation of orthodontic bonding system? *Eur. J. Orthod.* 2010; 32: 567-70.
11. POLACEK, P., JANCAR, J. Effect of filler content on the adhesion strength between UD fiber reinforced and particulates filled composites. *Compos Sci Technol.* 2008; 68: 251-9.
12. REINOLDS, I. R. A review of direct orthodontic bonding. *British. J. Orthod.* 1975; 2: 171-8.
13. RUEGGERBERG, F. A., CAUGHMAN, W. F., CURTIS JR., J. W. Effect of light intensity and exposure time duration on cure of resin composite. *Oper. Dent.* 1994; 19: 26-32.
14. YUASA, T., IJIMA, M., ITO, S. *et al.* Effects of long-term storage and thermocycling on bond strength of two self-etching primer adhesive systems. *Eur. J. Orthod.* 2010; 32: 285-90.

Recebido em: 07/04/2014 / Aprovado em: 09/05/2014

**João Carlos Silos Moraes**

Departamento de Física e Química da Unesp

Av. Brasil Centro, 56, Caixa Postal 31,

Ilha Solteira/SP, Brasil - CEP: 15385-000

E-mail: joca@dfq.feis.unesp.br