



**Universidade Estadual Paulista  
Faculdade de Odontologia de  
Araraquara**

**Ana María Sarabia Quiroz**

**Avaliação da conversão da resina composta  
polimerizada com luz halógena e LED com  
espectrometria do infravermelho**

**Araraquara  
2004**

**ANA MARIA SARABIA QUIROZ**

**“Avaliação da conversão da resina composta  
polimerizada com luz halógena e LED com  
espectrometria do infravermelho”**

Dissertação apresentada à  
Faculdade de Odontologia de  
Araraquara da Universidade  
Estadual Paulista “Julio de  
Mesquita Filho” para obtenção do  
título de Mestre em Odontologia,  
Área de Concentração: Dentística  
Restauradora.

Orientador:

**Prof. Dr. MARCELO FERRAREZI DE ANDRADE**

**ARARAQUARA  
2004**

Sarabia Quiroz, Ana Maria

Avaliação da conversão da resina composta polimerizada com luz halógena e LED com espectrometria do infravermelho / Ana Maria Sarabia Quiroz – Araraquara : [s.n.], 2004.

128 f. ; 30 cm.

Dissertação (Mestrado) – Universidade Estadual Paulista, Faculdade de Odontologia.

Orientador : Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade.

1. Resinas compostas 2. Espectroscopia infravermelho transformada de Fourier 3. Polimerização I. Título.

---

---

# DEDICATÓRIA

---

---

*Dedico este trabalho a*

*A Deus por guiar meus passos.*

*Aos meus pais Eduardo e Olga, por seu infinito amor, atenção e exemplo de vida.*

*Aos meus irmãos Luis Miguel, Fernando, Silvana e Patrícia por ser a inspiração para minha superação.*

*Ao meu esposo Bruno amor da minha vida, por seu apoio, ajuda e compreensão.*

*Ao meu avô Regulo, que acompanha todas as etapas da minha vida com muito amor.*

---

---

# AGRADECIMENTOS

---

---

*Agradecimentos Especiais:*

*Ao professor Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade, pela orientação no mestrado, o carinho e atenção que sempre demonstrou. Dele aprendi que um professor não é só quem dá aulas, mas também quem sabe ser amigo e ter as palavras certas para incentivar ao aluno a ampliar seus horizontes.*

*A você Marcelo, meu profundo respeito.*

*Ao professor Dr. Sidney José Lima Ribeiro, pela imensa colaboração prestada na realização deste trabalho. Obrigada pela orientação, carinho, paciência, tempo, oportunidade de trabalhar na Química, e acima de tudo pelo grande exemplo de integridade científica.*

*A você meu sincero reconhecimento*

*Ao professor Dr. Antônio Carlos Gaustaldi, quem sempre tinha as palavras certas que faziam despertar a ânsia do conhecimento científico.*

*A você, meu profundo respeito*



*Agradecimentos:*

*À faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Julio Mesquita Filho”, na pessoa de seu diretor Prof. Dr. Ricardo Samih Georges Abi Rached e de seu Vice-Diretor Prof. Dr. Roberto Mirando Esberard pela oportunidade concedida para a realização do curso de mestrado.*

*À Coordenação do Curso de Pós-Graduação em Dentística Restauradora, nas pessoas de Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto (Ex-Coordenador) e ao Prof. Dr. José Roberto Cury Saad (atual coordenador), pela oportunidade de cursar minha Pós-Graduação nesta Faculdade.*

*Aos professores do Curso de Pós-Graduação em Dentística Restauradora: Prof<sup>a</sup>. Dra. Maria Salete Machado Cândido, Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade, Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto, Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira, Prof. Dr. Wellington Dinelli, e Prof. Dr. Sillas Luiz L. Duarte Jr.*

*Ao Prof. Dr. Wellington Dinelli, pelo carinho aos alunos e dedicação a docência que é um exemplo para todos os que o conhecemos.*

*Ao Prof. Dr. Sillas Luiz L. Duarte Jr., pela amizade, tempo e constante ajuda que sempre me deu apesar da distância.*

*Aos professores Prof. Dr. Carlos Alberto de Souza Costa e Prof<sup>a</sup>. Dra Rosane de Fátima Zanirato Lizareli, pelos conhecimentos recebidos que ampliaram meus horizontes no conhecimento.*

*Aos meus colegas de curso: Ana Maria, Claudia, Cristina, Desireé, Jean, Jefferson, Kina, Pablino, Rinaldo, Sergio e Silvio, pelas horas de trabalho e inúmeras demonstrações de amizade e companheirismo. Tive muita sorte de conhecer pessoas maravilhosas como vocês.*

*Aos funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora: Dona Cida, Adriana, Cida, Marinho, Cláudio, Vanderlei, Creuza e Célia, pelos momentos de alegria, auxílio, amparo e coleguismo.*

*Aos funcionários da biblioteca, em especial a Zezé, Maria Helena, e Odete, pelo apoio em todo meu mestrado e o carinho.*

*Aos funcionários de Pós-Graduação, em especial a Mara e Rosângela, que nunca mediram esforços para nos auxiliar.*

*A Conceição, funcionária do 6º andar, pela amizade, ajuda e carinho.*

*As minhas amigas Esmeralda, Márcia, Maura, Patrícia e Sonia, pelos momentos felizes compartilhados na convivência diária.*

*A minha amiga e irmã, Esmeralda, companheira de muitos anos, pelo carinho, amizade e ajuda incondicional.*

*Aos meus queridos amigos, Darlon, Adriano, Eduardo, André, Marcio, Jonas, Renata Mesquita, Larissa, Odete e Alice Zanin, pelos momentos compartilhados e todo o carinho que sempre recebi deles.*

*A meus companheiros de pós graduação, Erick, Fernanda, Cris, Denise, Roberta, Rogério, Rodrigo, Clisiane, Emmanuel, Saturnino, Luana, Patty, Elaine, Cris, Fabrício, Alessandra, Hugo, André, Carol, Claudia, Carol, Hugo e especialmente a Karina , pelos momentos compartilhados.*

*A meus amigos estrangeiros, José e Alejandra (México), Jorge, Martín, Gustavo, Victor, Pablo, Edigardo, Esmeralda, Patty, Marcia, (Peru), Sonia (Republica Dominicana), Erika, Laura e Roberto (El Salvador), Sofia (Bolívia), Liz e Pablino (Paraguay) pelos momentos felizes.*

*A meus amigos Juliana Fratucci de Gobbi e a família dela, pela amizade.*

*A Dona Emilia, por ter sido como uma mãe.*

*A Família Queiroz Villa, pelo amor, preocupação e ter me acolhido sempre.*

*Meu agradecimento especial a Família Buainain de Freitas, especialmente a Cláudia, pelo carinho que fizeram mais fácil minha estadia longe de casa. Sempre estarão no meu coração.*

*A Kina, por ter se preocupado sempre comigo.*

*Ao Dr. Felix Astete pela ajuda na interpretação estatística deste trabalho.*

*A Maura, pela correção do português deste trabalho.*

*Ao Instituto de Química da UNESP- Araraquara, em especial aos professores Sidney e Junes e a funcionária Irene, por abrir as portas dessa para a realização deste trabalho.*

*Ao Brasil, a Araraquara, e aos brasileiros por ser meu lar e minha família nos anos de estadia neste lindo lugar.*

***A TODOS VOCÊS, MUITO OBRIGADA!!***

# SUMÁRIO

---

1. INTRODUÇÃO	13
2. REVISÃO DA LITERATURA	19
3. PROPOSIÇÃO	52
4. MATERIAL E MÉTODO	54
5. RESULTADO	71
6. DISCUSSÃO	86
7. CONCLUSÃO	99
8. REFERÊNCIAS	101
9. ANEXOS	109
10. RESUMO	125
11. ABSTRACT	127

---

---

# 1. INTRODUÇÃO

---

---

# 1. Introdução

---

As resinas compostas são o material odontológico estético mais usado nestes tempos. Elas têm evoluído rapidamente e suas propriedades melhorado. Para os pesquisadores e dentistas em geral, as propriedades físico-químicas das resinas compostas é um importante assunto a ser estudado. No entanto, ainda não existe a resina com propriedades ideais e por isso é uma área que está em evolução. Existem muitas técnicas para avaliar as propriedades das resinas, assim como outros materiais odontológicos, mas todos são complementares, já que nenhum dá o resultado de todas as características.

Os testes mecânicos podem dar uma boa idéia do comportamento desse material em função na boca do paciente, e os testes biológicos podem nos dizer a biocompatibilidade com os tecidos pulpare, gengivais e periodontais. Para o clínico são importantes todos os fatores que interferem no sucesso de uma restauração, já que o trabalho do cirurgião dentista é devolver ao paciente a saúde, funcionalidade e estética a todo o sistema oro-maxilo-facial. Sendo assim, ainda tem que ser feita muitas pesquisas envolvendo materiais odontológicos de restauração, para poder ter dados científicos que sustentem o uso, melhorem as técnicas e otimizem os resultados da aplicação dos materiais.

Um dos aspectos mais críticos, numa restauração com resina composta é a polimerização dela. Já que a polimerização vai dar a maioria das propriedades mecânicas e estéticas dessa resina. Uma resina com uma



polimerização insuficiente vai produzir uma resina com alta porosidade, pouca resistência ao desgaste, menor dureza, baixo polimento, alta capacidade para o manchamento, citotoxicidade pulpar, pelos monômeros livres que irão inflamar a polpa, etc.

Vendo a importância da polimerização, no sucesso de uma restauração com resina composta é importante também avaliar quais são as melhores condições para uma boa polimerização, embora o sucesso de uma restauração seja um conjunto de fatores e procedimentos clínicos. Existem muitos ensaios mecânicos e laboratoriais que vão nos dar uma visão clara do comportamento e propriedades mecânicas das resinas. Mas, não vão dar dados exatos de polimerização, pois essa transformação de monômeros a polímeros são reações que estão envolvidas no processo de endurecimento da resina composta. Existem alguns testes para a avaliação deste grau de conversão, porém ainda não são muito usados em nosso meio, entre eles temos a avaliação de vibração molecular por espectrometria no infravermelho.

A chamada radiação infravermelha (IR) corresponde aproximadamente, à parte do espectro eletromagnético situada entre as regiões do visível e das microondas.

Da rápida discussão teórica que se segue, torna-se claro que mesmo uma molécula muito simples pode dar um espectro muito complexo. O químico, aproveita-se desta complexidade quando compara o espectro de uma substância desconhecida ao de um composto padrão. Uma correlação pico a pico é uma excelente evidência para a identidade das amostras. É

muito pouco provável que, duas substâncias que não sejam enantiômeras e dêem o mesmo espectro de infravermelho.

Embora, o espectro de infravermelho seja característico da molécula como um todo, certos grupos de átomos dão origem a bandas que ocorrem mais ou menos na mesma frequência, independentemente da estrutura da molécula. É justamente, a presença destas bandas e características de grupos que permite ao químico a obtenção, através do exame do espectro e consulta a tabelas de informações estruturais úteis, e é baseado neste fato que estão os princípios para fazer a identificação das estruturas.

Como, por outro lado, não dependemos somente do espectro de infravermelho para a identificação dos compostos, a análise detalhada do espectro não será necessária, já que a maioria das vezes só vamos precisar de uma parte dele, para avaliar alguma ligação química específica. Desta forma, com este tipo de teste, podemos identificar que compostos estão presentes numa resina depois de polimerizada.

Para um melhor entendimento das resinas compostas e suas reações químicas e composições Peutzfeldt<sup>32</sup> no ano 1997, fez um resumo sobre resinas compostas. As resinas compostas foram introduzidas comercialmente na metade de 1960, para a restauração de dentes anteriores. Desde seu surgimento as resinas compostas têm evoluído grandemente para melhorar sua longevidade. Embora as melhoras das resinas, ainda possui limitações quanto a sua indicação e uso. Um material composto está definido como a combinação tridimensional de no mínimo dois materiais quimicamente diferentes, com uma interface diferente que separa os componentes. As resinas compostas são uma mistura de

componentes duros, partículas inorgânicas unidas por uma matriz resinosa leve, que normalmente esta formada por três partes principais: (1) a matriz resinosa que contém: um sistema de monômeros, um sistema de iniciação para polimerização de radicais livres e estabilizadores para maximizar a estabilidade de armazenamento da resina composta não polimerizada a estabilidade química da resina composta já polimerizada. (2) A carga inorgânica consistindo em vidro, quartzo, e/ou sílica, e (3) agente de enlace, geralmente um silano orgânico, que une as partículas inorgânicas com a matriz resinosa. Assim, as características e propriedades do material dependem basicamente desses três componentes, algumas das características estão relacionadas com as partículas e o agente de união, entretanto outras características dependem da matriz resinosa. O componente resinoso de uma resina dental curado é a matriz polimérica. Um **polímero** é uma cadeia longa construída pela união repetitiva de unidades menores chamadas monômeros. O processo mediante os monômeros são unidos em polímeros é chamada polimerização. Os monômeros usados em odontologia geralmente são líquidos, e durante o processo de polimerização eles se transformam a sólidos. A quantidade em que um monômero se transforma em polímero se chama grau de conversão. Os primeiros sistemas fotoativados usavam uma luz ultravioleta para iniciar a formação dos radicais livres. Atualmente, os compósitos ativados por luz UV foram substituídos por um sistema de luz visível, com o qual se tornou possível polimerizar espécimes mais grossos de até 2mm. Também, os compósitos fotoativados por luz visíveis são muito mais usados dos que os quimicamente ativados. Os compósitos fotoativados são fornecidos em uma única pasta contida em

uma seringa. Estão contidos, nesta pasta um sistema iniciador que libera os radicais livres, consistindo em uma molécula de fotoinibidor, e uma amina ativadora. Quando estes componentes não são expostos à luz, eles não reagem. Entretanto, a exposição de uma luz com um comprimento correto de onda (aproximadamente 468nm) produz um estado de excitação do fotoinibidor e uma interação com a amina para formar os radicais livres, que iniciam a polimerização por adição. O fotoiniciador mais comumente empregado é a canforoquinona, a qual tem um intervalo de absorção entre 400 e 500 nm, que é a zona azul do espectro de luz visível. Este iniciador está presente na pasta em níveis de aproximadamente 0,2% do peso ou menos. Existem várias aminas aceleradoras que propiciam a interação com a canforoquinona, tal como a dimetilaminoetilmetacrilato a 0,15% em peso, que também está presente na pasta. Para suplantiar os problemas das resinas quimicamente ativadas, foram desenvolvidos materiais que não precisavam espatulação.

O principal interesse da nossa pesquisa é determinar o grau de conversão das resinas compostas, com a mudança dos fatores que influenciam na polimerização.

---

---

## **2. REVISÃO DA LITERATURA**

---

---

## 2. Revisão da Literatura

---

Na procura de informações achamos trabalhos de polimerização que datam desde 1989.

Greener e Duke<sup>12</sup> em 1989, foram dois dos pesquisadores que primeiro utilizaram a espectrometria do infravermelho para testar resinas compostas. Eles avaliaram o grau de conversão e propriedades físicas de duas resinas temporárias com composição de resinas fotopolimerizáveis. Eles usaram a técnica de transformação de Fourier para infravermelho (FTIR), para determinar o grau de conversão e a estrutura dos polímeros. Avaliaram também por métodos convencionais as propriedades físicas, profundidade de polimerização, resistência à tração e a compressão, dureza, expansão térmica e estabilidade de cor.

A maioria das resinas compostas de restauração requer luz para a ativação de polimerização. As variáveis que afetam a absorção da energia da luz pelas resinas tem sido avaliadas por seu efeito na contração de polimerização. Devido a contração de polimerização está associada de maneira complexa ao grau de conversão da restauração, este parâmetro serve como um indicador empírico para a extensão da polimerização. Sakaguchi et al.<sup>43</sup> em 1992, estudaram as variáveis de cor da resina, distância entre a fonte de luz e a resina, e a intensidade de luz. Foram avaliadas três resinas. A contração de polimerização post-gel foi avaliada usando um método de medidor de força. A intensidade de polimerização da

luz diminui rapidamente para distâncias maiores que 2mm entre a ponta da luz e a superfície do material. Foi demonstrada uma relação linear entre a contração de polimerização e a intensidade de luz. A contração de polimerização de uma resina micro particulada e uma resina posterior, usando um tempo e intensidade de polimerização iguais, houve uma diminuição linear com aumento da espessura da amostra. Mais que uma ótima produção de luz da fonte luminosa, a polimerização pode ser compensada aumentando o tempo de aplicação da luz dentro de limites razoáveis.

Rueggeberg et al.<sup>38</sup> realizaram em 1994, um estudo que investigava a relação da duração de exposição e a intensidade da luz na polimerização das resinas compostas a diferentes profundidades dentro de uma restauração de resina composta simulada. Foram confeccionados finos discos de resina de uma restauração simulada cilíndrica, de tal forma que o disco podia ser removido do topo a 1, 2 e 3mm sob a superfície. As resinas, usadas neste estudo foram de micropartícula e híbrida nas cores Universal e cinza. Os espécimes foram polimerizados com várias intensidades de luz e por diferentes tempos de exposição, foi avaliada a conversão da resina de cada espécime pela técnica de espectroscopia de infravermelho. Dos resultados obtidos, pode-se recomendar uma exposição rotineira de 60 segundos usando fontes de luz de intensidades de no mínimo  $400 \text{ mW/cm}^2$ , e os incrementos não devem exceder os 2mm, sendo 1mm o ideal. Fontes com intensidades menores a  $233 \text{ mW/cm}^2$  não devem ser usados devido as pobres características de polimerização.

“A qualidade dos compósitos fotopolimerizados depende da capacidade da fonte de luz para polimerizar apropriadamente o material dentro de um determinado tempo de exposição” foi uma afirmação feita por Tarle et al.<sup>49</sup> em 1995. Eles compararam o grau de conversão de diferentes materiais compósitos (microhíbridos e micro-particulados) de cores claras e escuras, após a exposição com o laser pulsado ( $\lambda=468$ ) e uma unidade convencional como fonte de polimerização. O grau de conversão foi medido com FTIR. Observa-se, que a polimerização com o laser pulsado apresenta um maior grau de conversão em todos os materiais e todas as cores testadas. Todos os valores para graus de conversão foram menores para cores escuras em todos os materiais, independente da técnica de polimerização utilizada. Concluiu-se também, que o grau de conversão a 1, 2 e 3mm de profundidade de resina foi maior com o laser pulsado.

Hussey et al.<sup>15</sup> em 1995, usaram uma técnica de termografia do infravermelho para monitorar, não invasivamente, as mudanças na temperatura durante a polimerização da resina composta pela medição da emissão do infravermelho das superfícies das restaurações de resina composta durante a foto-polimerização. Neste estudo foram registrados os aumentos de temperatura durante a polimerização das resinas compostas com um aparelho de escaneamento de infravermelho, Thermovision 900. Os resultados demonstraram que a reação exotérmica é instantânea, ocorrendo na hora que a luz é ativada e aumentando em um pico de aproximadamente 30 segundos antes da diminuição. As medidas sugerem que a temperatura máxima aumenta em 12°C, embora este aumento seja por menos de 15s. Os limites do aumento da temperatura medidas neste estudo ( $5.4\pm 2.5^\circ\text{C}$ )



podem sugerir que, *in vivo*, a polpa pode ser danificada por este aumento térmico.

Em 1995, Imazato et al.<sup>18</sup> determinaram a relação entre o grau de conversão e a descoloração interna de resinas experimentais fotoativadas, com ou sem recozer, as quais contém diferentes quantidades de Bis-GMA e TEDGMA. O grau de conversão foi determinado por FTIR (transformação de Fourier da espectrometria no infravermelho) e a mudança na cor foi determinada depois de 1, 2, 3, e 4 semanas de imersão em água a 60°C. Os compósitos não recozidos mostraram um grau mais alto de conversão e menor descoloração a medida que aumentava a TEDGMA. Os compósitos recozidos mostraram um grau de conversão significativamente mais alto e menos descoloração quando comparados com os compósitos não recozidos. Os resultados indicam que, quanto o maior grau de conversão menos descoloração do compósito, e a relação entre os dois fatores foi significativa em compósitos fotopolimerizáveis.

Carvalho et al.<sup>4</sup>, em 1996 publicaram uma revisão de literatura sobre a contração de polimerização e a influência do stress desenvolvido versus o stress liberado. Afirmando que, a inserção de uma resina composta nos preparos cavitários gera uma competição entre a força de contração de polimerização e a resistência adesiva da estrutura do dente. O grau de stress produzido pode ser controlado até certo ponto, pelo desenho cavitário (fator C), o uso de bases cavitárias, o tamanho, a forma, a posição, os incrementos de resina e como são colocados na cavidade, e se a resina é foto ou quimicamente ativada. A liberação de stress pode ser aumentada tentando manter o fator C o mais baixo possível, usando resinas

quimicamente ativadas, bases com baixo módulo e, com o tempo na absorção de água. Uma boa compreensão destes princípios permite ao clínico se exercitar melhor no controle destas variáveis, daí melhorara a qualidade das restaurações adesivas.

Num estudo laboratorial, Kakaboura et al.<sup>19</sup> em 1996, avaliaram a composição e o comportamento de três liners fotopolimerizáveis (Cavlite, Ionoseal e Timeline). Os monômeros foram separados das cargas e foram analisados por HPLC. As pastas foram analisadas por espectroscopia de FTIR, forças diametrais e solubilidade à água quando testadas. Os monômeros identificados nos liners foram BisGMA/2-HEMA (Cavlite), BisDMA/BisGMA (Ionoseal) e UEDMA (Timeline). Foram achadas diferenças significativas no conteúdo das partículas, mas não houve diferença estatisticamente significativa na resistência à tração diametral. A eficiência na polimerização variou de 24,2- 31,0% nas superfícies do topo da amostra, e de 26,0- 54,0 % nas superfícies da base de adesivo C=C remanescente. Não houve correlação positiva entre as propriedades óticas e a eficiência de polimerização. A força de adesão dos liners foi muito menor, comparado com as resinas compostas. Todos os liners apresentaram formação de gaps e descolamento na interface liner-dentina, no teste de adaptação marginal. Houve diferença na absorção e solubilidade de água dos produtos. O Ionoseal apresentou uma degradação hidrolítica comparada com os outros liners. Não se observou uma reação de oxidação, ácido-base nos produtos analisados.

Park e Lee<sup>31</sup> em 1996, fizeram um estudo que determinou as mudanças no grau de conversão em resinas compostas de várias

espessuras após a polimerização com calor, avaliando também se as diferenças na distância da fonte de luz, na técnica aplicada neste estudo, influenciam ou não na polimerização. Foram confeccionados 20 corpos de prova de 5mm de diâmetro por 4mm de espessura, polimerizados por 60 segundos. Dez dos vinte corpos foram adicionalmente colocados num forno para resinas para inlays. Os corpos foram divididos em quatro, colocando cada parte num grupo. As análises para determinação do grau de conversão foram realizadas com FTIR. Observou-se, que o grau de conversão diminuía à medida que à distância da fonte de luz a resina aumentava, assim também, concluiu-se que o calor aumentava o grau de conversão nas porções externas do corpo, mais que na parte interna da resina.

Nesse mesmo ano, Venhoven et al.<sup>54</sup> estudaram a dinâmica da polimerização, relacionada com a quantidade de fotoiniciador em resinas contendo Bis-GMA e TEDGMA. Foram avaliados as medias de conversão e polimerização por contração linear e FTIR. Os valores de polimerização podem ser significativamente moderados reduzindo as concentrações tanto do fotoiniciador como de agente redutor sem afetar a conversão, usando um tempo de exposição à luz de 60 segundos.

Nomoto<sup>28</sup> publicou em 1997, o efeito da intensidade de luz na polimerização. Um compósito de resina experimental foi submetido a um feixe estreito de luz a um número quântico constante, usando um filtro de feixe estreito de interferência. O espectro IR das amostras de resina polimerizada foram medidas antes e depois de extração de monômeros residuais. O grau de conversão (DC) e a conversão de polimerização (PC) foram calculados destes espectros de IR. A luz usada foi de 410-550nm.

Com uma exposição de 5s, DC e PC foram afetados pelo comprimento de onda. O efeito do comprimento de onda entre 410 e 490nm diminuiu com o aumento da duração da exposição. O comprimento de onda mais eficiente foi de 470nm e o comprimento de onda mais adequado foi de 450 a 490nm. A absorbância da canforoquinona afetou fortemente a polimerização, especialmente durante o estágio inicial. A polimerização não só depende do comprimento de onda, mas também da energia exposta.

Condon e Ferracane<sup>5</sup>, em 1997 avaliaram *in vitro* o desgaste de resinas compostas. Eles recomendaram que para que o desgaste clínico das resinas compostas seja diminuído, devem ser otimizados alguns fatores como grau de conversão de polimerização, quantidade de partículas e nível de silanização. Para o estudo, foi usada uma máquina de simulação de desgaste para avaliar a influência desses fatores no desgaste a atrição e abrasão, assim como o desgaste ao esmalte dental. Os compósitos foram feitos de vidro de Sr (1-2 $\mu$ m avg) e uma resina 50/50 Bis-GMA/TEGDMA. Séries I (A-D, E) foram fotopolimerizadas (Triad II) por 9,12,25 e 40 segundos por lado para produzir um grau de polimerização (DC) , medido com FTIR, de 56, 60, 61 e 63% respectivamente. E recebeu um calor adicional de polimerização (120°C por 10 minutos) para atingir 66% de DC. Series II (D-F, I) foram recheados com 62, 53, 48, 37 e 28% do volume, respectivamente. Na série III (D, J-M), a porção de carga tratada com acoplador de silano (MPS) foi 100, 80, 60, 40 e 20% respectivamente. As amostras sofreram ciclos de 50000 vezes, contra o antagonista de esmalte na máquina de simulação de desgaste para produzir abrasão (carga= 20N) e atrição (carga= 70N) simultaneamente. A profundidade do desgaste ( $\mu$ m; n

=5) foi medido profilometria. As profundidades do desgaste refletiram valores de polimerização, embora só tenha sido significativa a diferença para E<A. Um maior desgaste foi relacionado a um menor nível da quantidade de carga ( $r^2 = 0.88$ ;  $p < 0.05$ ), aumentando significativamente com menos de 48 vol% (G). O desgaste aumentou linearmente com a porcentagem de cargas silanizadas foram reduzidas ( $r^2 = 0.99$ ;  $p < 0.05$ ). A abrasão e a atrição não foram significativamente diferentes para nenhum dos compósitos. O desgaste do esmalte antagonista não mudou com a variação dos fatores. Os fatores avaliados influenciam no desgaste dos compósitos quando submetidos à máquina de desgaste.

Neste mesmo ano, Ferracane et al.<sup>10</sup> avaliaram o desgaste e a desadaptação marginal das resinas compostas com vários graus de polimerização. A perda da forma anatômica, devido ao desgaste por uso é um dos fatores que limitam o uso clínico de resinas posteriores. As propriedades físicas e possivelmente a resistência ao desgaste estão influenciadas pela extensão da polimerização. Então, neste estudo o objetivo foi comprovar a hipótese que aumentando o grau de conversão pode ser melhorada a resistência ao desgaste e a desadaptação marginal. Foi manipulada uma resina contendo 50% de Bis-GMA / 50% TEDGMA e 62% de volume vidro de estrôncio (1 a 2  $\mu\text{m}$ ) com micropartículas de sílica. A resina foi colocada em orifícios em dentes de Cr-Co de dentaduras de 50 pacientes sem dentes, na posição dos primeiros e segundos molares inferiores. As resinas foram polimerizadas por vários tempos (9,12,25,40 segundos e 40 segundos+ 10 minutos a 120°C) e depois polida. O grau de conversão foi medido com FTIR, tendo-se desde 55% até 67%. Os tempos

de avaliação foram de 6 meses, 1 e 2 anos. Depois das observações resultou uma forte correlação negativa entre o grau de conversão e desgaste abrasivo das resinas híbridas, mostrando assim que, o desgaste pode ser diminuído com o melhoramento da conversão.

Uma das publicações mais importantes de polimerização e o comportamento da resina e sua contração com respeito à fonte de luz aplicada, foi o estudo feito por Versluis et al.<sup>55</sup> em 1998. Onde, avaliaram o comportamento da contração de polimerização com diferentes angulações da luz polimerizadora. Concluindo que, a resina composta não se contrai contra a luz, mas a direção esta predominantemente determinada pelo formato da cavidade e a qualidade da adesão. Propriedades marginais melhoradas deveriam ser procuradas pela otimização de outros fatores, tais como: o processo de polimerização, o procedimento de cura e a qualidade da adesão. A direção dos vetores da contração como resposta à posição da luz, não parece ser um critério apropriado para a otimização da qualidade na adaptação marginal.

Em 1998, Sakaguchi e Berge<sup>42</sup> avaliaram a relação entre a intensidade da luz e a tensão da contração linear post-gel e o grau de conversão da resina composta. Foram confeccionadas amostras cilíndricas de resina composta polimerizada a uma distância de 7mm por 40s, com quatro intensidades de luz (71%, 49%, e 34% de intensidade controle e para 20s a 71% mais 20s a 100% de intensidade). Um grupo polimerizado com a intensidade total serviu como controle. Foi medido o grau de conversão (DC) no topo e na base e foi medida a tensão da contração linear na base. O DC das amostras no topo foi significativamente diferente ( $p < 0.05$ ) entre todos os

grupos, exceto nos grupos com intensidades de 71% e 49%. As amostras na base o DC resultante das intensidades mais altas (71% e 100%) não foram diferentes uma da outra ( $p>0.05$ ). Os outros grupos foram significativamente diferentes um do outro ( $p<0.05$ ). O DC para as amostras polimerizadas com duas intensidades de luz não foram significativamente diferentes daquelas polimerizadas com maior ou menor intensidade por 40s ( $p>0.05$ ). As amostras polimerizadas com duas intensidades mostraram uma diminuição de 21.8% da força de contração predeterminada por um cálculo feito pela energia de densidade de luz. A aplicação da luz por menos que a intensidade máxima da luz fotopolimerizadora resulta como uma redução significativa na tensão da contração de polimerização sem que afete significativamente o grau de conversão.

Em 1998, Freiberg e Ferracane<sup>11</sup> avaliaram propriedades, entre elas a conversão de resinas de restauração indireta (Artglass). Foram confeccionados espécimes e polimerizados com unidades de alta intensidade por 180 segundos, concluindo-se que o grau de conversão, a resistência à fratura, o módulo de flexão e a resistência à flexão foram melhorados em Artglass e o grau de conversão e as resistências à fratura foram melhoradas para a resina composta Charisma, quando foi usada fonte de luz para resinas indiretas, provavelmente devido a sua alta intensidade. O grau de conversão foi obtido com o teste de FTIR.

A absorção de água das resinas com conteúdo, em várias proporções, de Bis-GMA e TEDGMA, assim como a influência do grau de conversão e a hidrofobicidade destas resinas foi analisada em 1999 por Imazato et al.<sup>17</sup> Analisaram também a absorção de água do Bis-

GMA/TEDGMA. Resinas sem carga e compósitos com conteúdo de Bis-GMA/TEDGMA, com uma relação de 1/1, 2/1, ou 3/1 de peso, foram preparadas e fotopolimerizadas. Foi determinada a absorção de água, assim como o grau de conversão de cada espécime e a hidrofobicidade foi comparada medindo o ângulo de contato da água. Tanto a resina sem carga, quanto os compósitos com Bis-GMA e TEDGMA na proporção de 1/1 mostraram significativa maior absorção de água que os outros materiais. O grau de conversão dos espécimes aumentou em forma proporcional ao aumento de TEDGMA e não foi encontrada relação entre a absorção da água e o grau de conversão.

O efeito da quantidade de TEDGMA na polimerização após a irradiação em compósitos com bis-GMA como base foi avaliado por Tarumi et al.<sup>50</sup> em 1999. Foram preparadas resinas com proporções de bis-GMA/TEDGMA (peso/peso) de 75/25; 70/30; 67/33 e 50/50. Foi medido o grau de conversão de cada compósito pela transformação da espectroscopia do infravermelho de Fourier, imediatamente após a polimerização e depois de 24 horas de armazenamento, foi determinada assim a polimerização após a irradiação. Posteriormente, a quantidade residual de bis-GMA e TEDGMA nas amostras polimerizadas após 24 horas foram obtidas por cromatografia líquida. Em ambos os tempos da análise (na hora da polimerização e 24 horas após) os compósitos que continham grandes quantidades de TEGDMA apresentaram um alto grau de conversão. A quantidade de polimerização após a irradiação diminuiu proporcionalmente, na medida que diminuía a quantidade de TEDGMA. A quantidade de TEDGMA residual após a irradiação diminuía na medida que a proporção de TEDGMA



diminuía, mas a quantidade de bis-GMA residual apresentava valores constantes. O TEDGMA é considerado o principal contribuinte da polimerização após irradiação nos compósitos com base de bis-GMA.

Nomoto e Hirasawa<sup>29</sup>, em 1999 estudaram um método para analisar as características de polimerização de resinas a base de UDMA usando FTIR. Três tipos de resinas experimentais com base de UDMA foram preparadas com variações das frações molares. O espectro de infravermelho dos filmes das amostras foram medidos com FTIR antes e depois da extração dos monômeros residuais de cada espécime por MeOH. Foram medidas as mudanças no número de enlaces duplos, do espectro do IR, com a absorbância cume do NH como um parâmetro interno e também foram determinados à quantidade de monômeros residuais (RM). Os espécimes imersos em MeOH foram analisados por HPLC. Os RM medidos por HPCL medidos foram mais que os medidos por FTIR. Estes diferencias podem ser devido aos diferentes locais medidos, este método de estimação com FTIR de monômeros residuais para resinas fotopolimerizada usando a absorbância do cume do NH como um parâmetro interno pode ser o método apropriado quando o monômero de resina não contém componentes aromáticos.

Silikas et al.<sup>46</sup> no ano 2000 avaliaram os efeitos do grau de conversão das resinas compostas e a contração de polimerização. Os graus de conversão da resina Z100 e Tetric Ceram foram medidos com FTIR imediatamente após a polimerização e a contração foi obtida por 30 minutos após a polimerização com a técnica de disco colado. Todas as amostras foram polimerizadas a uma temperatura inicial de 23°C com uma luz

halógena Elipar Highlight a diferentes parâmetros de tempo e intensidade. Para os materiais e intensidades de luz estudadas, as correlações entre o grau de conversão e a contração concluem que uma diminuição considerável nos problemas da contração poderia ser resolvido, com uma redução do grau de conversão. Embora, isto deva ser analisado já que esta redução poderia afetar o desenvolvimento da resina, alterando negativamente as outras propriedades.

Um dos maiores aportes nos conceitos e definições da espectrometria no infravermelho foi dado por Silverstein e Webster<sup>47</sup> no ano 2000. Definindo que a radiação do infravermelho em frequência menor que aproximadamente  $100\text{cm}^{-1}$ , converte-se quando absorvida por uma molécula orgânica, em energia de rotação molecular. O processo de absorção é quantizado, em consequência, o espectro de rotação das moléculas consiste numa série de linhas. A radiação infravermelha na faixa aproximada de  $10.000$  a  $100\text{cm}^{-1}$  converte-se quando absorvida, em energia vibracional molecular. O processo também é quantizado, porém o espectro vibracional costuma aparecer como uma série de bandas em vez de linhas, porque a cada mudança de nível de energia vibracional corresponde uma série de mudanças de nível rotacional. As linhas se sobrepõem dando lugar às bandas observadas. São estas as bandas de vibração-rotação que utilizaremos, particularmente as que ocorrem entre  $4.000$  e  $400\text{cm}^{-1}$ . A frequência ou o comprimento de onda de uma absorção depende das massas relativas dos átomos, das constantes de forças das ligações e da geometria dos átomos. As posições das bandas no espectro de infravermelho serão apresentadas em número de ondas ( $\nu$ ), cuja unidade é o

centímetro inverso ( $\text{cm}^{-1}$ ). Esta unidade é proporcional à energia de vibração e os instrumentos modernos são lineares em número de ondas. A unidade de comprimento de onda ( $\lambda$ ), dada em micrometros ( $1 \mu\text{m} = 10^{-6}\text{m}$ ; em outro tempos chamado pelo termo *mícron*), já foi muito usado. Os números de ondas são inversamente proporcionais aos comprimentos de onda. [ $\text{cm}^{-1} = 10^4/\mu\text{m}$ ]. É também comum confundir números de onda com ( $\nu$  em unidades de  $\text{cm}^{-1}$ ) com frequências, o que é incorreto, uma vez que o número de ondas ( $\text{cm}^{-1}$ ) é igual a  $1 \times 10^4/\lambda$  em  $\mu\text{m}$ , e a frequência ( $\nu$  em Hz) é igual a  $c/\lambda$  em cm, em que  $c$  é a velocidade da luz ( $3 \times 10^{10} \text{ cm/s}$ ). O símbolo ( $\nu$ ) é chamado “nubarrado”. Os espectros que utilizaremos são lineares em  $\text{cm}^{-1}$ . Um espectro linear em número de ondas tem aspecto diferente de um espectro linear em comprimento de onda. As intensidades das bandas podem ser expressas como transmitância (T) ou absorvância (A) (também chamada absorvância). A transmitância é a relação entre a energia radiante transmitida por uma amostra e a energia radiante que nela incide. A absorvância é o logaritmo decimal do inverso da transmitância. [ $A = \log_{10}(1/T)$ ]. Os químicos orgânicos normalmente usam termos semiquantitativos (F = forte, m = médio, f = fraco). As vibrações moleculares podem ser classificadas em deformações axiais e deformações angulares. Uma vibração de deformação axial é um movimento rítmico ao longo da ligação que faz com que a distância interatômica aumente e diminua alternadamente. As vibrações ritmadas de ligações que têm um átomo em comum ou o movimento de um grupo de átomos em relação ao resto da molécula sem que as posições relativas dos átomos dos grupos se alterem. Assim, por exemplo, as vibrações de deformação angular envolvem

alterações dos ângulos de ligação em relação a um conjunto de coordenadas arbitrárias da molécula. Somente as vibrações que levam à alteração rítmica do momento de dipolo da molécula são observadas no infravermelho convencional. O campo elétrico alternado, produzido pela mudança de distribuição de carga que acompanha a vibração, acopla a vibração molecular com o campo magnético oscilante da radiação eletromagnética, o que resulta em absorção de energia radiante. O número de graus de liberdade de uma molécula é igual ao número total de graus de seus átomos considerados individualmente. Cada átomo tem três graus de liberdade, correspondentes as coordenadas do sistema cartesiano (x, y e z), necessários para descreverem suas posições relativas com os demais átomos da molécula. Assim, uma molécula com “n” átomos terá  $3n$  graus de liberdade. No caso das moléculas não lineares, três dos graus de liberdade descrevem a rotação das moléculas, e três a translação. Os demais  $3n-5$  graus de liberdade vibracionais, porque dois graus de liberdade são suficientes para descrever a rotação molecular. As vibrações fundamentais não envolvem alteração na posição do centro de gravidade da molécula.

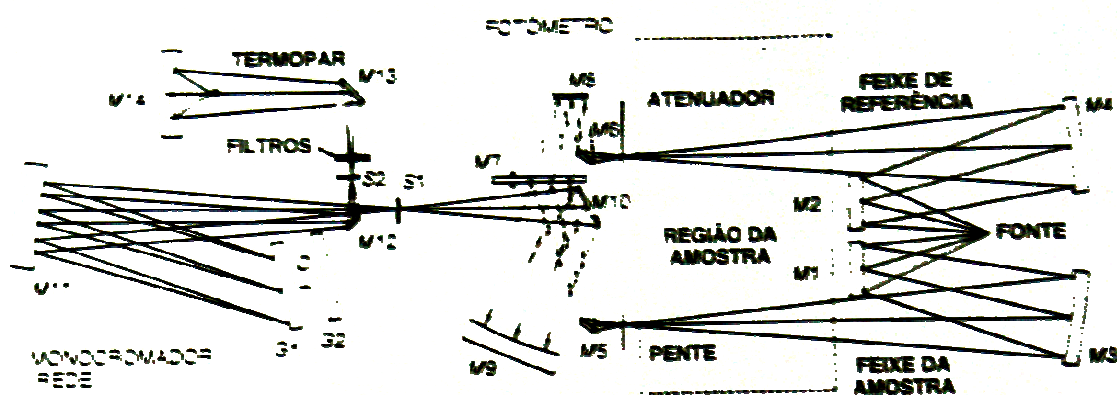
Observe as pequenas deformações entre as vibrações de deformação axial assimétrica e simétrica que integram uma com a outra, isto é, estão acopladas em comparação com a deformação angular simétrica no plano, muito distante. O número teórico de vibrações fundamentais (frequências de absorção) raramente é observado, porque as bandas correspondentes são acompanhadas por vibrações harmônicas (múltiplos de uma dada frequência fundamental). Além disto, outros fenômenos reduzem o número de bandas, como por exemplo:

1. Freqüências fundamentais que caem fora da região  $4.000-400\text{cm}^{-1}$ .
2. Vibrações fundamentais muito fracas para serem observadas.
3. Vibrações fundamentais tão próximas que sua separação é muito difícil.
4. Ocorrência de bandas degeneradas provenientes de várias absorções de mesma freqüência em moléculas de alta simetria.
5. A não observação de vibrações fundamentais que não provocam alteração no momento de dipolo da molécula.

Pode-se estimar a freqüência aproximada das deformações axiais pela aplicação da lei de Hooke. Nesse caso, os dois átomos e a ligação entre eles são tratados como um oscilador harmônico composto por duas massas ligadas por uma mola.

*Espectrômetro de infravermelho de dispersão:* durante muitos anos, obtinham-se os espectros de infravermelho com o auxílio de um feixe de luz infravermelha passado através da amostra. A radiação transmitida era varrida por dispersão em uma rede de difração (grade de difração). O espectro era obtido pela rotação da rede de difração e as áreas de absorção (picos) eram detectadas e lançadas em gráficos de freqüências versus intensidades. A figura a continuação descreve um sofisticado instrumento de dispersão com feixe duplo. A radiação é dividida em dois feixes um dos quais passa através da célula que contém a amostra, enquanto o outro passa por uma célula de referência. O feixe de referência e o feixe da amostra são então re - combinados em um único feixe alternado, através da

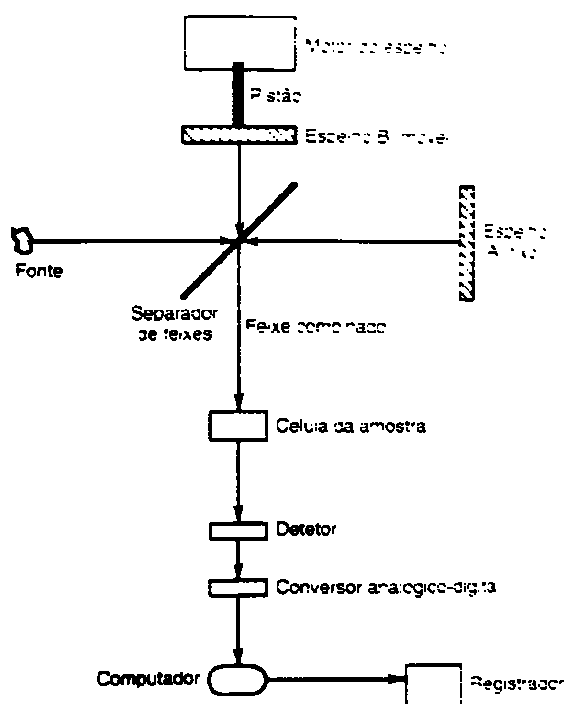
rotação do espelho M7, sendo as intensidades das absorções balanceadas através de um atenuador colocado no feixe de referência. Desta forma, as absorções do solvente da célula de referência e da célula da amostra são balanceadas e o espectro registrado contém somente os picos de absorção da amostra.



*Espectrômetro de infravermelho com transformações de Fourier (Interferômetro):* A espectroscopia com transformações de Fourier (FT-IR), que se desenvolveu muito nos últimos anos, tem várias vantagens sobre os instrumentos de dispersão. Radiação contendo todos os comprimentos de onda de interesse  $5.000-400\text{ cm}^{-1}$ , por exemplo, é separada em dois feixes. Um deles percorre uma distância fixa, e o outro, uma distância variável (espelho móvel). Fazendo-se variar as distâncias percorridas pelos dois feixes, obtém-se uma seqüência de interferências construtivas e destrutivas e, conseqüentemente, variações na intensidade de radiação recebida pelo detector, o chamado interferograma. Uma transformação de Fourier converte

o interferograma assim obtido, que está no domínio do tempo, para a forma mais familiar de um interferograma no domínio de frequências. A variação do comprimento do pistão ajusta a posição do espelho B e faz variar a distância percorrida pelo feixe B. A transformação de Fourier em posições sucessivas do espelho dá origem ao espectro completo do infravermelho. A passagem da radiação por uma amostra submete-a a uma faixa larga de energias. Em princípio, a análise desta faixa dá origem ao espectro completo de infravermelho da amostra. Existem vantagens no uso de transformações de Fourier. Como não se usam monocromadores, a totalidade da faixa de radiação passa simultaneamente pela amostra com enorme ganho de tempo (vantagem de Fellgett). Isto permite resoluções extremamente altas ( $< 0.01\text{cm}^{-1}$ ). Além disto, como os dados sofrem conversão analógico-digital, os dados são manipulados facilmente. O resultado de várias varreduras é combinado para diminuir o ruído, e espectros excelentes podem ser obtidos com muito pouca amostra. Um instrumento de FT-IR pode ser usado em seqüência com HPLC ou GC. Como acontece com outros instrumentos controlados por computador, o espectro do solvente ou de amostras puro (guardados na memória do computador) podem ser subtraídos do espectro da mistura. Há boa flexibilidade na forma de apresentação do espectro. Assim, espectros lineares em comprimento de onda ou em número de ondas, por exemplo, podem ser obtidos a partir do mesmo conjunto de dados. Alguns fabricantes oferecem instrumentos GC-FT-IR que permitem a obtenção de espectros em fase vapor a partir de monogramas de um composto eluído de uma coluna capilar de cromatografia com fase gasosa. Os espectros em fase gasosa assemelham-se aos obtidos em alta diluição

em solventes apolares, isto é, os picos cuja posição depende da concentração deslocam-se para frequências mais altas em comparação com os obtidos em soluções concentradas, em filmes líquidos ou em fase sólida.



*Manuseio da amostra:* É possível obter espectros de gases, líquidos e sólidos no infravermelho. As soluções são manuseadas em células de espessura constante variam de 0.1 a 1mm de passo ótico. São necessários volumes de 0.1 a 1ml de soluções a 0,05-10% para as células atualmente disponíveis no mercado. Uma célula de compensação contendo o solvente puro costuma ser colocada no feixe de referência. O espectro assim obtido é o espectro do soluto, exceto nas regiões espectrais em que o solvente absorve fortemente. Quando são disponíveis pequenas quantidades de



amostra, pode-se utilizar células com ultramicrocavidades em conjunção com um condensador de feixe. Pode-se obter com esta técnica espectros razoáveis com até alguns poucos microgramas de amostra em solução. Quando a volatilidade permite, pode-se recuperar o soluto para exame por outras técnicas espectrométricas. Examinam-se geralmente, os sólidos na forma de pó em suspensão, de disco prensado ou de filme vítreo depositado sobre uma placa transparente. As suspensões são separadas por moagem completa de 2 a 5 mg de um sólido em um gral de ágata liso. A moagem é continuada após a adição de uma ou duas gotas de óleo de moagem. As partículas suspensas devem ter menos que  $2\mu\text{m}$  de diâmetro para evitar o espalhamento excessivo da radiação. O pulverizado é examinado, então, como um filme fino entre placas planas de sal. Costuma-se usar Nujol (um óleo de petróleo de alto ponto de ebulição) como óleo de moagem. Quando as bandas de hidrocarboneto interferem no espectro desejado, utiliza-se Fluorolube (um polímero per-halogenado contendo F e Cl) ou hexaclorobutadieno. O uso destes óleos de moagem torna possível a varredura sem interferências de bandas dos óleos na região entre  $4.000$  e  $250\text{ cm}^{-1}$ . Aproveitando o fato de o brometo de potássio seco e pulverizado (ou outro halogeneto de metal alcalino) pode ser prensado a vácuo para formar discos transparentes, criou-se a técnica de disco prensado. A amostra (0,5 a 1,0mg) é misturada intimamente com cerca de 100mg de brometo de potássio seco pulverizado. Faz-se a mistura por moagem em um gral de ágata liso ou, mais eficientemente, com o auxílio de um pequeno moinho de bolas vibrantes ou, ainda, por liofilização. A mistura é prensada em moldes especiais, sob pressão de  $10.000$ - $15.000$  psi, até formar um disco

transparente. Para que o espectro obtido seja de boa qualidade, a mistura deve ser bem feita, e as partículas não devem ultrapassar 2  $\mu\text{m}$  de diâmetro. Microdiscos de 0.5 a 1.5 mm de diâmetro podem ser utilizados em conjunto com condensadores de feixe. A técnica de microdiscos permite o exame de amostras de até 1  $\mu\text{g}$ . Observa-se, por outro lado, bandas de 3.448 e 1.639  $\text{cm}^{-1}$  devido à umidade do ar quando a técnica do disco prensado é utilizada. A técnica de disco prensado de KBr tem sido evitada devido a necessidade de se obterem bons discos. A utilização da miniprensa, que requer um procedimento simples, veio facilitar um pouco as coisas. A mistura KBr-amostra é colocada na porção oca do conjunto, com um dos parafusos no seu lugar. O segundo parafuso é colocado, e aplica-se pressão apertando os parafusos. A remoção dos parafusos deixa o disco no interior do corpo da prensa, o qual é então utilizado como célula. A técnica de depósito de um filme sólido é limitada aos casos em que o material pode ser depósito por evaporação do solvente a partir de uma solução ou por resfriamento de uma massa fundida com formação de microcristais ou de um filme vítreo. Os filmes cristalinos provocam, geralmente, perda de intensidade da radiação por espalhamento excessivo de luz. A orientação específica dos cristais pode levar a espectros diferentes dos observados quando a orientação é aleatória, como no caso de emulsões ou de discos transparentes. A técnica de depósito de filme é especialmente útil quando se deseja obter espectros de resinas e plásticos. Deve-se neste caso, tomar o cuidado de eliminar o solvente por tratamento a vácuo ou por aquecimento brando. A técnica conhecida como reflexão total atenuada ou espectroscopia de reflexão interna permite a obtenção de espectros qualitativos de sólidos,

independentemente da espessura. Esta técnica baseia-se no fato de um feixe de luz refletido internamente pela superfície de um meio transmissor penetrar uma pequena distância além da superfície refletora e retornar ao meio transmissor durante o processo de reflexão. Se um material (isto é, a amostra) com índice de refração menor do que aquele do meio transmissor é posto em contato com a superfície refletora, a luz atravessa o material até a profundidade de alguns micrometros, produzindo-se, assim, um espectro de absorção. Uma modificação dessa técnica permite a ocorrência de muitas reflexões ao longo da superfície da amostra. Esta modificação, conhecida como espectroscopia de reflexão interna múltipla, resulta em um espectro de intensidade comparável a um espectro de transmissão. Em geral, uma solução diluída em um solvente apolar fornece o melhor espectro (isto é, o menos distorcido). Os compostos apolares produzem, geralmente o mesmo espectro em fase condensada (isto é, líquido puro, disco de KBr, emulsão ou filme líquido) e em solventes apolares. O mesmo não ocorre, entretanto, com os compostos polares, que freqüentemente mostram, em fase condensada, efeitos de ligação hidrogênio e outras interações. Infelizmente, os compostos polares são habitualmente insolúveis em solventes apolares, e o espectro tem de ser obtido em fase condensada ou em solventes polares. Observa-se muito freqüentemente, neste último caso, interação de ligação hidrogênio entre moléculas do soluto e do solvente. Muito cuidado deve ser empregado no manuseio das células e das placas de sal. Deve-se usar amostras livres de umidade e nunca tocar com os dedos as superfícies óticas. A contaminação com silicones deve ser evitada, já que estes compostos são de difícil eliminação e têm espectros intensos.

*Interpretação dos espectros:* Não existem regras rígidas para interpretação de um espectro de infravermelho. Deve-se, todavia, levar em conta certos requisitos para que a interpretação possa ser confiável.

- O espectro deve ter resolução adequada e ser de intensidade razoável.
- O composto utilizado deve ser razoavelmente puro.
- O espectrômetro deve ser calibrado contra padrões, de forma que as bandas sejam observadas nas frequências ou comprimentos de onda corretos. Calibrações bastante confiáveis podem ser feitas com um padrão como o poliestireno.
- O método de manipulação da amostra deve ser identificado. Se em solução, é preciso indicar o solvente, a concentração da solução e o passo da célula utilizada.

Com o tratamento rigoroso das vibrações de moléculas complexas é pouco prático, costuma-se levar a cabo a interpretação do espectro a partir de comparações empíricas com outros espectros e de extrapolação de resultados obtidos com moléculas mais simples. Muitas das questões levantadas pela interpretação de espectros de infravermelho encontram resposta nos dados fornecidos pelos espectros de massas e RMN. (47)

No ano 2001, Stansbury e Dikens<sup>48</sup> determinaram a validade e prática da espectroscopia curta de infravermelho (NIR) como técnica de medição da conversão das resinas dentais. As medidas de conversão por infravermelho curto e infravermelho médio foram comparadas usando duas técnicas: (1) a determinação da conversão de amostras de 3mm de espessura de Bis-GMA/TEGDMA por transmissão da espectroscopia curta do infravermelho. As amostras foram moídas e re-analisados em pastilhas de KBr com o

infravermelho médio. E (2) para uma melhor verificação foram polimerizadas finas camadas e analisadas por espectroscopia de infravermelho média. Depois várias destas amostras finas foram comprimidas numa pastilha mais grossa para serem examinadas pelo infravermelho curto (NIR). Conclui-se do presente estudo, que a análise de conversão de resinas dental mediante o teste de infravermelho curto (NIR) apresenta vantagens de conveniência. Devido a que o vidro é virtualmente transparente no NIR espectro, esta técnica tem excelente potencial a ser usada com resinas dentais com partículas.

As propriedades físicas e mecânicas associadas às resinas para restauração estão influenciadas pelo nível de conversão, sabendo-se que o nível de conversão destes materiais é de 55-75%<sup>41,5</sup>. Muitos fatores influenciam esta conversão tais como: composição da resina, geometria do espécime, concentração do foto-iniciador, intensidade e tempo da irradiação, temperatura da polimerização e exposição de oxigênio. Também são fatores que influenciam no processo de pós-polimerização<sup>20,52</sup>. Existem muitos outros métodos analíticos para medir a conversão dos polímeros dentais. Por exemplo, a calorimetria por scaneamento proporciona a medida para a conversão de metacrilatos baseados na entalpia dos processos de polimerização exotérmicos<sup>1,27,51</sup>. A extensão da contração de polimerização também tem sido um método utilizado para medir a conversão<sup>38,54,23</sup>. Um método que ainda esta em evolução é a associação da fluorescência e as mudanças na micro-viscosidade para determinar a conversão dos metacrilatos<sup>21</sup>. A maioria das análises feitas para determinar a conversão de resinas dentais e compósitos tem sido baseadas em espectroscopia do

infravermelho, dando uma medida direta dos grupos metacrilatos sem reagir. Os métodos introduzidos por Ruyter<sup>38</sup> consistem na transmissão de uma fina camada de resina, inicialmente desenvolvida para a avaliação de selantes e numa reflexão interna múltipla (MIR) utilizada para analisar a conversão da superfície de materiais resinosos<sup>41</sup>. A transmissão da fina camada aplicada a análise de selantes ou resinas sem carga limita o espécime a 25  $\mu\text{m}$ , devido a forte absorbância dos parâmetros de frequência do mid-IR. Ambas as técnicas da fina camada e do MIR estão baseados nas medidas da diminuição da intensidade dos metacrilatos C=C do modo de absorção estirado a  $1637\text{cm}^{-1}$  como monômero de metacrilato convertido em polímero. Estes procedimentos de espectroscopia se baseiem na presença de uma banda de absorção estável que não muda como consequência da polimerização. Nas resinas com base de Bis-GMA (ou aqueles com cadeia monomérica aromática similar), tanto para absorções de  $1608\text{cm}^{-1}$ <sup>39</sup> ou  $1583\text{cm}^{-1}$ <sup>56</sup> podem servir para padronizar os espectros de monômeros e polímeros. Em resinas com bases em uretanos-dimetacrilatos, as absorções do uretane N-H e C=O tem sido usadas como parâmetros internos (13). Outros têm modificado as técnicas de confecção das amostras para incluir a medição da conversão dos polímeros em blocos de resinas sem carga ou espécimes de compósito usando o modo de FT-IR usando pastilhas com KBr<sup>9</sup> Foram usadas FR-IR para analisar fatias de 20-30 $\mu\text{m}$  de espessura tiradas de diferentes regiões dos blocos de polímeros<sup>8</sup>. Também tem sido relatado um método para a determinação da conversão das resinas com monômeros livres com absorções satisfatórias aromáticas<sup>35</sup>.

Existem métodos espectroscópicos alternativos ao uso da região espectral mid-IR para a medição direta da conversão dos metacrilatos. A espectroscopia de Raman tem sido utilizada para analisar a conversão de resinas compostas e compósitos<sup>45,26,24</sup>. A espectroscopia de Raman inclui dispersões mais que absorções e daí que os dados são predominantemente de conversão da superfície. As medições de Raman podem ser complicadas com a fluorescência das resinas. A região espectral NIR encontra-se entre (12500-4000cm<sup>-1</sup>) que fica entre a luz visível e as regiões de mid-IR do espectro do eletromagnético. As frequências do NIR são representadas em  $\mu\text{m}$ , mas para que fique mais claro alguns pesquisadores dão para frequências de vibração, quando compram com mid-IR valores de numero de onda ( $1 \text{ numero de onda (cm}^{-1}) = 10000/\lambda (\mu\text{m})$ ). O espectro do NIR está formado especialmente por absorções baseadas em cadeias contendo átomos de hidrogênio (C-H-, O-H, N-H). As bandas de conotação da maioria das absorções fundamentais na região do mid-IR são muito fracas para serem registradas na região do NIR. A absorção dos feixes no NIR consiste na combinação de feixes que é uma media de vibrações de duas movimentações moleculares adjacentes, e o primeiro feixe de conotação associado com a região fundamental do espectro mid-IR. Devido às baixas absorbâncias sobre os limites das frequências do NIR, são necessários espécimes relativamente grossos (1-10mm) para obter um adequado modo de transmissão do espectro. Estes limites da espessura dos espécimes são compatíveis com as espessuras usadas clinicamente para as restaurações dentárias. O NIR é uma análise não destrutiva utilizada especialmente na

indústria dos polímeros para o controle de qualidade e menos usado na análise da conversão dos metacrilatos e acrilatos<sup>48</sup>.

Imazato et al.<sup>16</sup> em 2001, compararam os resultados do análises térmico diferencial (DTA) e a transformação da espectroscopia infravermelha de Fourier (FTIR), na avaliação do fator de conversão, assim como avaliar a utilidade do método de DTA. O método de DTA usando uma fibra ótica com fonte de luz tem sido relatado como um método útil para medir o fator de conversão (DC) de resinas fotopolimerizadas. Foram preparadas resinas experimentais com 2,2-bis [4-(3-metacrilóiloxi -2- hidroxipropoxi) fenil] propano de base contendo SiO<sub>2</sub> como carga e quantidades variadas de trietilenglicol dimetacrilato (TEDGMA), e o fator de conversão (DC) para cada resina foi determinado com DTA ou FTIR com uma irradiação de 60s. Em ambos os testes observam-se que o fator de conversão aumentava com o aumento da proporção de TEDGMA, apesar de que o DTA mostrou de 3-10% de valores maiores ( $p < 0.05$ ) que o FTIR com 20s de exposição. Para resinas compostas de marcas comerciais, que contém partículas híbridas, os valores de DTA não foram significativamente diferentes aos valores obtidos com FTIR. Quanto maior tempo de irradiação resulta em um maior DC ( $p < 0.05$ ) para ambos os métodos, e o DTA mostrou 5-7% de valores maiores que FTIR. O grau de conversão da resina que continha partículas pré-polimerizada foi 30% menos com FTIR que com DTA, possivelmente devido à influência dos espécimes sem polimerizar nas partículas. Os valores do fator de conversão (DC) determinados por DTA e FTIR mostraram concordância para a maioria dos materiais incluindo o modelo dos



compósitos. O DTA pode ser mais útil que o FTIR para medir DC para compósitos que tenham partículas de carga pré-polimerizadas.

No seguinte ano, em 2002, Sakaguchi et al.<sup>44</sup> verificaram o potencial do uso de análises mecânicas dinâmicas de geometria tubular de três pontos de inserção para o monitoramento do módulo de armazenamento de um compósito com uma matriz de polímero ativado por luz. Foram feitas amostras de resina composta inserindo-as em tubos de PTFE e testando-as em três pontos fixos de dobramento, num analisador dinâmico mecânico (DMA) a 200 Hz com 20  $\mu\text{m}$  de amplitude. As amostras foram ativadas pela luz por 60s. ( $385\text{mW}/\text{cm}^2$ , na superfície do compósito) e foi observado continuamente o módulo de armazenamento ( $E^1$ ) para as sete resinas compostas fotopolimerizadas estudadas (uma micro particulada, quatro micro híbridas, e duas resinas sem partículas). Foram removidos caroços de resina do tubo PTFE, depois de 13,5 minutos e avaliados com os mesmos parâmetros no DMA. Foi criado um modelo numérico de elementos finitos da configuração do teste e foi usado para cálculos o limite operativo para o DMA. O grau de conversão (DC) foi medido usando a espectroscopia de transformação do infravermelho de micro-Fourier (FTIR) para as amostras de resina micro-particuladas e uma híbrida a 13.5 e 60 minutos depois da ativação da luz. O  $E^1$  para uma resina genérica híbrida e micro-particulada, foi de  $13,400 \pm 1100$  e  $5900 \pm 200$  MPa, respectivamente, quando polimerizadas dentro do tubo e depois removidas e testadas em o DMA. O DC foi de 54.6% para a resina híbrida e 60.6% para a resina micro particulada. Este método analisa o crescimento do módulo de armazenamento durante a polimerização com luz de dimetacrilatos com alto

conteúdo de partículas. Embora, a aproximação é fenomenológica nessas medidas quantitativas de  $E^1$  não são feitas diretamente do DMA, as estimativas da cinética de polimerização inicial aparece ser validado pelas três diferentes aproximações.

Halvorson et al.<sup>14</sup> em 2002, avaliaram a relação entre a extensão de polimerização e a energia (dose) aplicada durante a fotopolimerização de compósitos com base em resina. Foi usado FTIR para medir a conversão de 5 minutos e 24 horas de quatro resinas compostas preparadas num filme fino e polimerizado sob condições de intensidade decrescente e tempo de exposição constante (30 segundos) usando uma luz halógena de tungstênio. A conversão medida foi obtida numa ampla gama de energia aplicada. Adicionalmente, amostras de dois materiais foram polimerizadas com várias intensidades e tempos de exposição tal que a dose permaneceu constante. Este processo foi feito para quatro níveis de dose representando aproximadamente 75% da gama de conversão. Os perfis de polimerização (porcentagem de conversão versus energia radiante aplicada) descrevem uma diminuição gradual na conversão com uma diminuição da energia seguida de uma rápida descida. Embora, existam diferenciais na conversão máxima atingida entre os materiais, quando a conversão é representada como uma conversão fracionária relativa ao valor máximo em 24h, os perfis de polimerização aos 5 min. e 24 horas aparecem parecidos. Foi observada uma conversão similar quando as fatias foram expostas a doses equivalentes de energia, demonstrando a relação recíproca entre a irradiação (densidade da fonte) e tempo de exposição.

A influência na melhora das propriedades mecânicas foi estudada por Arcís et al.<sup>2</sup> em 2002 num estudo que tinha como objetivo medir e analisar estas propriedades em diversos materiais compósitos desenhados para restauração dental. Os materiais estavam compostos por monômeros fotopolimerizáveis (tanto Bis-GMA + TEGMA ou Bis-GMA + HEMA) como matriz, e hidroxiapatita (tanto partículas microscópicas como nanoscópicas) como partículas de reforço. As superfícies das partículas de hidroxiapatita foram modificadas usando um agente de união (ácido cítrico, maléico, acrílico ou metacrílico). Cinco espécimes de 14 compósitos diferentes foram preparados para cada teste mecânico, resistência flexural, módulo de Young e dureza Vickers. Como resultados obteve-se que os aumentos de 50-60% em peso da hidroxiapatita aumentavam a dureza Vickers das resinas, assim como o módulo de Young, mas diminuía a resistência flexural. E foram gerais com a adição de partículas microscópicas, em lugar das nanoscópicas, ocorrem melhoras nas propriedades mecânicas. As propriedades mecânicas também melhoram com a adição do agente de união (ácido cítrico, acrílico ou metacrílico). Com isto poderemos concluir que a composição das partículas da resina composta influencia diretamente nas propriedades mecânicas da resina composta.

O estudo do grau de polimerização usando diferentes fontes de luz foi estudado por Yoon et al.<sup>58</sup>, também em 2002, determinaram a efetividade para a polimerização de luz LED e o arco de plasma, comparando-as com a luz halógena. Varias combinações de tempos de irradiação com intensidades de luz foram irradiadas para produzir a mesma energia total. O grau de conversão do C=C de três resinas foram medidas com FTIR a várias

profundidades da superfície. Imediatamente após a exposição da luz, 100 $\mu$ m de espessura de resina composta foi seccionada aos 1, 2, 3 e 4mm do topo da superfície. Foram obtidos os espectros da resina sem polimerizar. Os resultados mostraram que o grau de conversão esteve significativamente influenciada pelas variáveis de materiais, profundidade da superfície, fonte de luz e nível de energia. Quando foi irradiada a mesma energia de luz, o grau de conversão pelo arco de plasma e LED não foram significativamente diferentes da luz halógena ( $p > 0,05$ ). Quando a energia de luz foi aumentada ao dobro, não foi observada diferença significativa até os 2mm da superfície ( $p > 0,05$ ), mas o grau de conversão aumenta significativamente a partir dos 3mm ( $p < 0,05$ ).

Em 2003 Enami et al.<sup>6</sup>, queriam testar a hipótese que baixas intensidades e tempos prolongados de polimerização podiam produzir contrações volumétricas, graus de conversão, e módulo Young (E-modulus) iguais as resinas polimerizadas com altas intensidades de luz. Para este estudo foram polimerizadas resinas tais como Z100 e Z250 (3M ESPE) com intensidades de luz de 200, 450 e 800 mW/cm<sup>2</sup> por 140, 60 e 35 segundos a uma distância de 7mm. Foi medida a força de contração e usando espectrometria de FT-Raman foi medida a porcentagem do grau de conversão. No topo e na base de corpos de 4mm de espessura. A contração volumétrica foi medida usando uma metodologia por deslocação de volumes. Os resultados do estudo indicaram que o stress de polimerização diminuía significativamente quando se polimerizava com 200 mW/cm<sup>2</sup>. A diminuição na intensidade da luz não diminuía em valores de % do grau de conversão no topo da resina. A diferença mais notória estava entre a conversão do topo

e na base do corpo de resina e não na variação da intensidade da fonte de luz. A diminuição na intensidade de luz diminuía a força de contração e também na reação exotérmica da resina.

---

---

# 3. PROPOSIÇÃO

---

---

### 3. Proposição

---

Avaliar por meio da espectrometria de infravermelho, a influência das fontes de luz (halógena e LEDs), tempos de exposição, variação de profundidade e tempos diferentes de observação, na conversão de monômeros em polímeros após a fotopolimerização da resina composta.

---

---

# 4. MATERIAL E MÉTODO

---

---



#### 4. Material e método

---

Foi avaliada a conversão de uma resina composta, considerando quatro variáveis a serem analisadas.

- Tipo de luz para a fotopolimerização.
- Tempo de exposição à luz.
- Profundidade da resina desde a superfície.
- Tempo de observação.

O objetivo deste estudo foi analisar a influência dos fatores antes mencionados na polimerização. Para este objetivo foram confeccionados corpos de prova em resina com a ajuda de uma matriz metálica especialmente confeccionada para este fim.

##### 4.1. Material:

Nesta pesquisa foi utilizada resina composta Filtek Supreme (3M-ESPE) na cor A3E, lote 3AH; cód. 3910A3E. Em sua composição possui partículas nanométricas e nanoaglomerados. (Figura 1)



FIGURA 1: Resina composta Filtek Supreme (3M-ESPE)

#### 4.2. Método:

Para facilitar a compreensão, a metodologia foi dividida em 3 etapas:

**1ª Etapa:** Confeção dos corpos de prova

**2ª Etapa:** Obtenção dos Espectros.

**3ª Etapa:** Análise dos Espectros.

#### 1ª Etapa: CONFECÇÃO DOS CORPOS DE PROVA

Foram realizados 64 corpos de prova com resina composta fotopolimerizável Filtek Supreme (3M) na cor A3E. Para este propósito foi utilizada uma matriz metálica.

A matriz constava de uma parte interna bipartida, com um orifício no centro de 4mm de diâmetro por 4mm de espessura, um anel de fixação do conjunto e uma célula que servia de base (Figura 2).



FIGURA 2: Matriz metálica

- Matriz bipartida
- Anel de fixação
- Orifício para a resina

A resina composta foi preenchida no orifício com ajuda de uma espátula Thompson em um único incremento e foi colocada uma fita de acetato no topo do orifício, para ajudar na compactação da resina. Foi colocado um peso de 500mg por 1 minuto, sobre a fita de acetato, para a compactação e a eliminação de bolhas do corpo de prova de resina (Figura 3).

A resina foi polimerizada pela fonte de luz e tempo segundo os grupos experimentais correspondentes, para a metade dos grupos foi a luz halógena Curing Light (3M) XL 3000 (3M Dental Products) (Figura 4) e para a outra metade dos grupos a fonte de luz utilizada foi o LED (light emitting Diode) Ultraled (Dabi Atlante). (Figura 5)

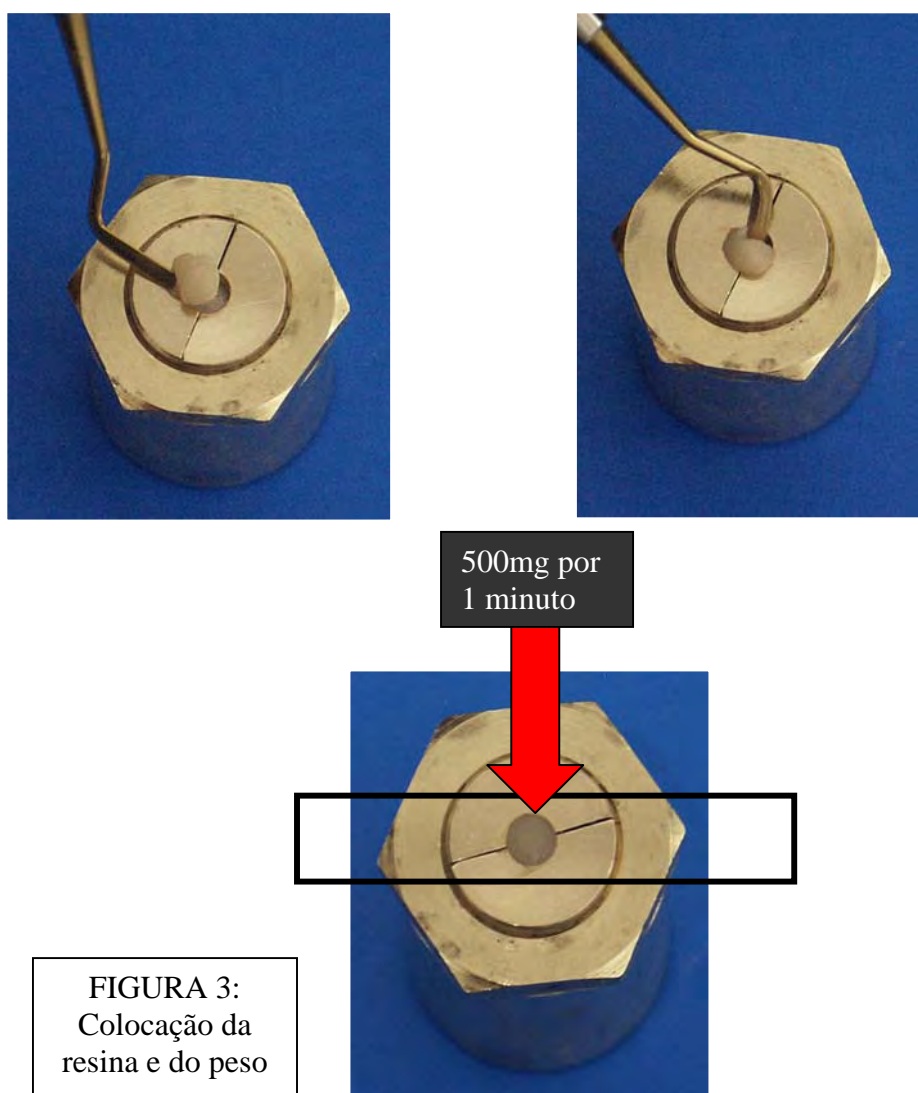




FIGURA 4: Luz Halógena XL  
3000 (3M)



FIGURA 5: Ultraled  
Dabi Atlante

Os tempos de exposição à fonte de luz foram de 20 e 40 segundos. A forma de polimerização foi com a ponta da lâmpada encostada na matriz de acetato.

Os corpos foram colocados em um recipiente escuro e seco, até seu corte e análise.

Foi utilizada uma máquina de corte Isomet 1000 (Figura 6), a uma velocidade de 400 rpm, para obter as fatias do corpo de prova (Figura 7). Os cortes se realizaram de 1,15 em 1,15 mm (Figura 8) para a obtenção de fatias de 0,5mm de espessura (descontando a espessura da lâmina de corte que era de  $\pm 0,65\text{mm}$ ).



FIGURA 6: Máquina de corte Isomet 1000

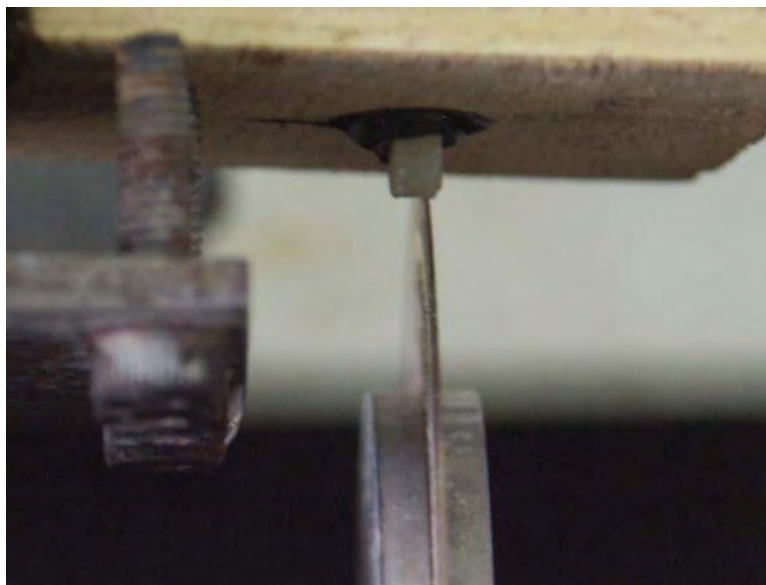


FIGURA 7: Corte do corpo de resina com o disco diamantado

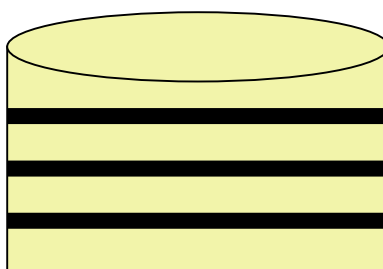


FIGURA 8: Corpo de prova cortado em fatias de 0,5mm

Cada fatia foi nomeada e armazenada para posterior análise de espectrometria de infravermelho.

## **2ª Etapa: OBTENÇÃO DOS ESPECTROS.**

Após a obtenção das fatias, cada uma foi processada para a obtenção de uma pastilha que foi analisada no espectrômetro. Na hora da análise do

infravermelho cada fatia do corpo de prova foi triturado num graal e pistilo de ágata (Figura 9) conseguindo um pó de resina.(Figura 10). Este pó foi misturado com KBr (um composto não reativo a luz do infravermelho ) (Figura 11). A proporção foi de 5mg de KBr com 50 $\mu$ g de pó de resina. Os dois pós foram misturados (Figura 12), novamente com o graal e pistilo, até obter uma mistura homogênea.



FIGURA 9: Fatia de resina sendo triturada.



FIGURA 10: Pó de resina



FIGURA 11: KBr em ambiente seco com sílica



FIGURA 12: Mistura de pó de resina com KBr

A mistura de pó de resina e o KBr foram colocados num pastilhador para conseguir fazer uma pastilha com a espessura e dimensões apropriadas para analisá-las no espectrômetro. (Figuras 13, 14, 15 e 16).



FIGURA 13: Pastilhador desmontado



FIGURA 14: Colocando a mistura de pó





FIGURA 15:  
Colocando a tampa do  
pastilhador



FIGURA 16:  
Pastilhador montado

O pastilhador foi colocado em uma máquina a vácuo para exercer pressão e vácuo sobre a mistura de pó e compactar as partículas formando uma pastilha sólida, homogênea e quase transparente.(Figura 17).



FIGURA 17:  
Máquina de pressão

Depois a pastilha foi colocada num dispositivo plástico (Figura 18) do aparelho de espectrometria, que encaixará na máquina (Figura 19) para poder ser feita à leitura das bandas de absorvência da pastilha.

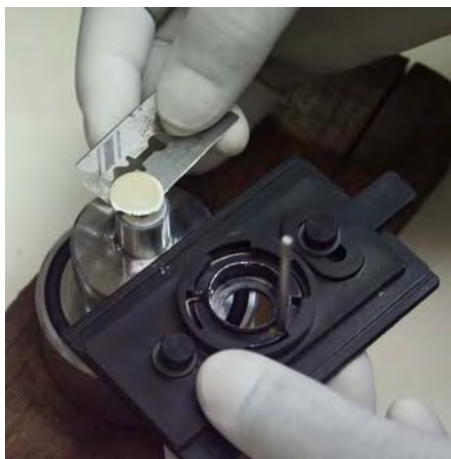


FIGURA 18: Colocando a pastilha no dispositivo plástico



FIGURA 19: Encaixe do dispositivo plástico na máquina



FIGURA 20: Espectrômetro Perkin Elmer Spectrum 2000 (FTIR Spectrometer)

Para realizar a espectrometria foi usado um espectrômetro Perkin Elmer Spectrum 2000 (FTIR Spectrometer) (Figura 20). O aparelho foi formatado para obter o tipo de bandas de nosso interesse, para isto os parâmetros dos espectros das bandas foram a partir de  $370$  até  $7800\text{ cm}^{-1}$ , o número de *scans* por espectro foi de 32, a resolução foi de  $4\text{ cm}^{-1}$ , o intervalo foi de  $1,0\text{ cm}^{-1}$  e as unidades foram

de %T (transmitância); depois foi calibrado, primeiro sem nenhuma pastilha para zerar as condições do meio. Depois foram coladas uma por uma as pastilhas de acordo com o tempo de observação. As leituras das bandas (Figura 21) foram gravadas num formato ASC, para depois serem analisadas.

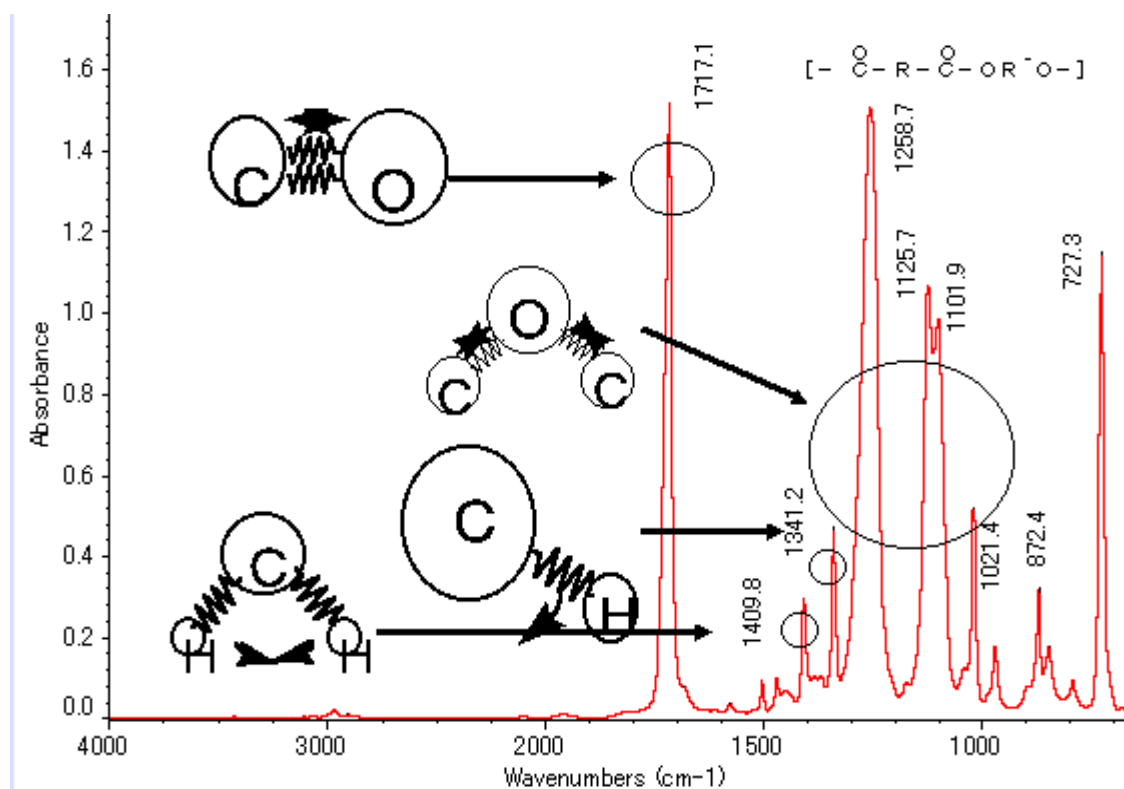


FIGURA 21: Espectro obtido no FTIR

### 3ª Etapa: ANÁLISE DOS ESPECTROS.

A análise dos espectros foi feita em um programa de análise de dados Microcal Origin 6.0. Os dados do espectro eram seqüências numéricas nos eixos “X” e “Y”. Teve primeiro que se fazer um cálculo matemático para transformar os valores de transmitância em absorbância. Para isto, os valores do eixo “Y” tiveram que ser submetidos a seguinte equação:  $-\log(\text{col}(\mathbf{b}))$ , a coluna b correspondia aos valores do eixo “Y”. Depois de ter transformado a transmitância em absorbância, analisamos as áreas das curvas com os picos dentro das bandas de

nosso interesse localizadas entre 1600 e 1750 (Figura 22) que correspondem aos enlaces químicos C=C e C=O. O valor da área que está debaixo da curva com picos em  $\pm 1720$  corresponde a quantidade de enlaces C=O que estão presentes no polímero, e o valor da área que está debaixo da curva com picos em  $\pm 1637$  corresponde à quantidade de enlaces C=C dos monômeros livres que estão presentes no polímero. Para determinar a conversão de monômeros em polímeros foi feita uma relação de C=O (presente no polímero) / C=C (que são os monômeros residuais)<sup>47</sup>. O valor resultante seria a conversão da resina. Então com esta proporção temos que a maior quantidade de monômeros residuais C=C, menor será o valor de conversão da resina. E a maior seja a quantidade de C=C, maior será o valor de conversão. Não se pode falar de grau de conversão, já que o grau de conversão é uma porcentagem de:

$$DC\% = \left( \frac{\text{área C=C} / \text{área C-C} \text{ do polímero}}{\text{área C=C} / \text{área C-C} \text{ do monômero}} \right)$$

Sendo as áreas as integrais da curva de absorvância. Mas neste estudo a banda para C-C foi muito fraca, e em alguns casos não estava presente. Isto se deve ao tipo de composto químico neste caso, a resina Filtek Supreme. Uma vez obtidos os valores de conversão foram analisados estatisticamente para cada um dos grupos experimentais.

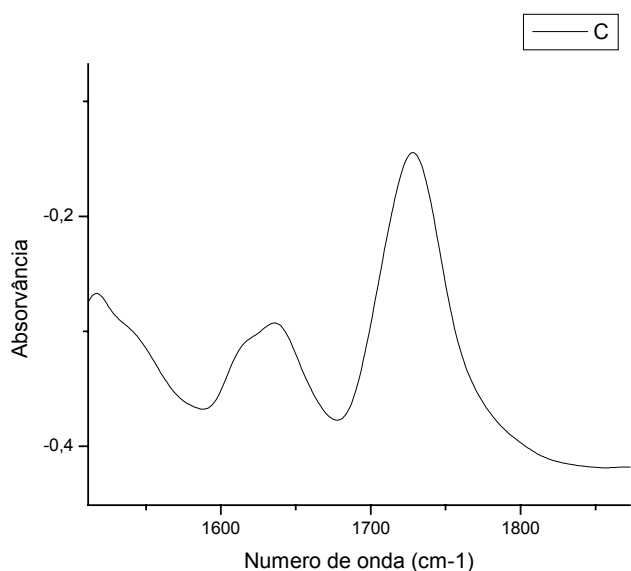


FIGURA 22: Gráfico dos espectros gerado no Origin 6.0

## Grupos Experimentais:

Os grupos foram aleatoriamente escolhidos. Sendo divididos segundo o tempo de exposição à luz, tipo de fonte de luz, (halógena e LEDs), tempo de observação após a polimerização e a profundidade do corpo de prova, em 64 grupos com cinco repetições cada um, dando um total de 320 espectros.

As fontes de luz utilizadas para a polimerização foram: Curing Light (3M) XL 3000 (3M Dental Products) e o Ultraled (Dabi Atlante). As potências de cada aparelho foram medidas com um radiômetro da GG Dent. Comércio e Serviço de Equipamentos Odontológicos. Sendo a potência registrada para a luz halógena de  $445\text{mW/cm}^2$  e para o LED de  $100\text{mW/cm}^2$  ( $138\text{mW/cm}^2$  segundo o fabricante).

Os grupos polimerizados com luz halógena Curing Light (3M) XL 3000 (3M Dental Products) foram: 1-8, 17-24, 33-40, 49-56; e os grupos polimerizados pelo Ultraled (Dabi Atlante) foram: 9-16, 25-32, 41-48, 57-64.

Os tempos de exposição à luz foram de 20 segundos para os grupos: 1-4, 9-12, 17-20, 25-28, 33-36, 41-44, 49-52, 57-60; e os grupos que foram polimerizados por 40 segundos foram: 5-8, 13-16, 21-24, 29-32, 37-40, 45-48, 53-56, 61-64.

Os tempos de avaliação da conversão foram de zero para os grupos 1-16, nos quais a análise da conversão foi realizado imediatamente após a polimerização, de 24 horas para os grupos 16-32, de 48 horas para os grupos de 33-48 e de 7 dias para os grupos 49-64, sendo a análise da conversão realizada 7 dias após a polimerização.

As profundidades que foram analisadas foram de 1mm, localizada no primeiro milímetro do topo que esteve em contato mais próximo com a luz, de 2mm para as fatias localizadas no segundo milímetro desde o topo do corpo, de 3mm para as fatias localizadas no terceiro milímetro desde o topo do corpo e de 4mm para as fatias localizadas no quarto milímetro desde o topo do corpo de prova. Cada fatia tinha 0,5mm de espessura por 4mm de diâmetro.

As especificações de cada grupo estão indicadas na Tabela 1.

Tabela 1 Grupos experimentais

Grupo Experimental	Fonte de Luz	Tempo de exposição à luz	Tempo da observação	Profundidade	Corpos do grupo
1.	Luz Halógena	20 segundos	T=0	1mm	1,2,3,4,5
2.	Luz Halógena	20 segundos	T=0	2mm	6,7,8,9,10
3.	Luz Halógena	20 segundos	T=0	3mm	11,12,13,14,15
4.	Luz Halógena	20 segundos	T=0	4mm	16,17,18,19,20
5.	Luz Halógena	40 segundos	T=0	1mm	21,22,23,24,25
6.	Luz Halógena	40 segundos	T=0	2mm	26,27,28,29,30
7.	Luz Halógena	40 segundos	T=0	3mm	31,32,33,34,35
8.	Luz Halógena	40 segundos	T=0	4mm	36,37,38,39,40
9.	LED	20 segundos	T=0	1mm	41,42,43,44,45
10.	LED	20 segundos	T=0	2mm	46,47,48,49,50
11.	LED	20 segundos	T=0	3mm	51,52,53,54,55
12.	LED	20 segundos	T=0	4mm	56,57,58,59,60
13.	LED	40 segundos	T=0	1mm	61,62,63,64,65
14.	LED	40 segundos	T=0	2mm	66,67,68,69,70
15.	LED	40 segundos	T=0	3mm	71,72,73,74,75
16.	LED	40 segundos	T=0	4mm	76,77,78,79,80
17.	Luz Halógena	20 segundos	T=24horas	1mm	81,82,83,84,85
18.	Luz Halógena	20 segundos	T=24horas	2mm	86,87,88,89,90
19.	Luz Halógena	20 segundos	T=24horas	3mm	91,92,93,94,95
20.	Luz Halógena	20 segundos	T=24horas	4mm	96,97,98,99,100
21.	Luz Halógena	40 segundos	T=24horas	1mm	101,102,103,104,105
22.	Luz Halógena	40 segundos	T=24horas	2mm	106,107,108,109,110
23.	Luz Halógena	40 segundos	T=24horas	3mm	111,112,113,114,115

24.	Luz Halógena	40 segundos	T=24horas	4mm	116,117,118,119,120
25.	LED	20 segundos	T=24horas	1mm	121,122,123,124,125
26.	LED	20 segundos	T=24horas	2mm	126,127,128,129,130
27.	LED	20 segundos	T=24horas	3mm	131,132,133,134,135
28.	LED	20 segundos	T=24horas	4mm	136,137,138,139,140
29.	LED	40 segundos	T=24horas	1mm	141,142,143,144,145
30.	LED	40 segundos	T=24horas	2mm	146,147,148,149,150
31.	LED	40 segundos	T=24horas	3mm	151,152,153,154,155
32.	LED	40 segundos	T=24horas	4mm	156,157,158,159,160
33.	Luz Halógena	20 segundos	T=48horas	1mm	161,162,163,164,165
34.	Luz Halógena	20 segundos	T=48horas	2mm	166,167,168,169,170
35.	Luz Halógena	20 segundos	T=48horas	3mm	171,172,173,174,175
36.	Luz Halógena	20 segundos	T=48horas	4mm	176,177,178,179,180
37.	Luz Halógena	40 segundos	T=48horas	1mm	181,182,183,184,185
38.	Luz Halógena	40 segundos	T=48horas	2mm	186,187,188,189,190
39.	Luz Halógena	40 segundos	T=48horas	3mm	191,192,193,194,195
40.	Luz Halógena	40 segundos	T=48horas	4mm	196,197,198,199,200
41.	LED	20 segundos	T=48horas	1mm	201,202,203,204,205
42.	LED	20 segundos	T=48horas	2mm	206,207,208,209,210
43.	LED	20 segundos	T=48horas	3mm	211,212,213,214,215
44.	LED	20 segundos	T=48horas	4mm	216,217,218,219,220
45.	LED	40 segundos	T=48horas	1mm	221,222,223,224,225
46.	LED	40 segundos	T=48horas	2mm	226,227,228,229,230
47.	LED	40 segundos	T=48horas	3mm	231,232,233,234,235
48.	LED	40 segundos	T=48horas	4mm	236,237,238,239,240
49.	Luz Halógena	20 segundos	T=7dias	1mm	241,242,243,244,245
50.	Luz	20	T=7dias	2mm	246,247,248,249,250

	Halógena	segundos			
51.	Luz Halógena	20 segundos	T=7dias	3mm	251,252,253,254,255
52.	Luz Halógena	20 segundos	T=7dias	4mm	256,257,258,259,260
53.	Luz Halógena	40 segundos	T=7dias	1mm	261,262,263,264,265
54.	Luz Halógena	40 segundos	T=7dias	2mm	266,267,268,269,270
55.	Luz Halógena	40 segundos	T=7dias	3mm	271,272,273,274,275
56.	Luz Halógena	40 segundos	T=7dias	4mm	276,277,278,279,280
57.	LED	20 segundos	T=7dias	1mm	281,282,283,284,285
58.	LED	20 segundos	T=7dias	2mm	286,287,288,289,290
59.	LED	20 segundos	T=7dias	3mm	291,292,293,294,295
60.	LED	20 segundos	T=7dias	4mm	296,297,298,299,300
61.	LED	40 segundos	T=7dias	1mm	301,302,303,304,305
62.	LED	40 segundos	T=7dias	2mm	306,307,308,309,310
63.	LED	40 segundos	T=7dias	3mm	311,312,313,314,315
64.	LED	40 segundos	T=7dias	4mm	316,317,318,319,320



---

---

# 5. RESULTADO

---

---

## 5. Resultado

---

Os resultados de conversão obtidos após a análise das áreas das bandas dos espectros analisados com o programa origin, estão no Anexo 1.

A análise estatística para este estudo foi realizada utilizando, primeiro a análise de variância (ANOVA) para determinar se havia diferença entre os grupos. E depois foi aplicada a análise de Tukey, para determinar a diferença entre os grupos.

O primeiro que foi feito foi tratar os 64 grupos como tratamentos, com 5 repetições cada um, embora alguns dados não puderam ser obtidos.

Nota: cada grupo é em realidade uma fonte de luz, em um tempo de exposição à luz, em um tempo de observação a uma profundidade.

Source (fonte)	DF	Sum of Squares (Soma de quadrados)	Mean Square	F Value	Pr > F
Tra	63	7203.78301856	114.34576220	68.75	0.0001
Error	228	379.20896500	1.66319721		
Corrected Total	291	7582.99198356			

R-Square	C.V.	Root MSE	CONV Mean
0.949992	9.976311	1.28965004	12.92712329

O valor grifado em amarelo significa que a possibilidade que os valores de conversão sejam iguais é muito pequena. Concluindo, que existem diferenças estatísticas entres os 64 tratamentos. Para ver as médias dos valores de conversão de cada um dois 64 tratamentos estão no Anexo 2 (médias de 4 ou 5 repetições).

Analisando melhor o trabalho se tem usado quatro fatores:

Quatro tempos de observação (TO) : 0, 24, 48 e 168 horas

Duas fontes de luz (LUZ) : 1 (luz halógena) e 2 (LED)

Dois tempos de exposição (EXL) : 20 e 40 segundos

Quatro profundidades (PRF) : 1, 2, 3 e 4 mm

Multiplicando  $4 \times 2 \times 2 \times 4 = 64$  (os 64 tratamentos)

Isto significa que podemos realizar uma análise de variância de todas as combinações possíveis dos fatores.

Tabela 2 Análise de variância ANOVA:

Source	DF	Type III SS	Mean Square	F Value	Pr > F
TO	3	79.21118407	26.40372802	15.88	0.0001
LUZ	1	4064.60702678	4064.60702678	2443.85	0.0001
EXL	1	1590.37514129	1590.37514129	956.22	0.0001
PRF	3	616.56077468	205.52025823	123.57	0.0001
TO*LUZ	3	21.15796297	7.05265432	4.24	0.0061
TO*EXL	3	22.73800166	7.57933389	4.56	0.0040
LUZ*EXL	1	10.33358326	10.33358326	6.21	0.0134
TO*LUZ*EXL	3	42.43161784	14.14387261	8.50	0.0001
TO*PRF	9	42.03052711	4.67005857	2.81	0.0038
LUZ*PRF	3	19.78837359	6.59612453	3.97	0.0088
EXL*PRF	3	29.98328417	9.99442806	6.01	0.0006
TO*LUZ*PRF	9	38.31936888	4.25770765	2.56	0.0080
TO*EXL*PRF	9	51.02746476	5.66971831	3.41	0.0006
LUZ*EXL*PRF	3	116.70254563	38.90084854	23.39	0.0001
TO*LUZ*EXL*PRF	9	38.05939727	4.22882192	2.54	0.0085
Error	228	379.20896500	1.66319721		
Corrected Total	291	7582.99198356			
	R-Square	C.V.	Root MSE	CONV	Mean
	0.949992	9.976311	1.28965004	12.92712329	

Nesta Tabela observamos a análise de variância, que nos informa se os valores de CONVERSÃO são iguais:

Para os 4 tempos de observação **TO** (o valor amarelo diz que não são iguais)

Para as duas fontes de **LUZ** (o valor amarelo diz que não são iguais)

Para os dois tempos de exposição à luz **EXL** (o valor amarelo diz que não são iguais).

Para as quatro profundidades **PRF** (o valor amarelo diz que não são iguais)

Para as oito combinações de tempo de observação e fontes de luz **TO\*LUZ** (0-luz halógena, 24-luz halógena, 48-luz halógena, 168-luz halógena, 0-LED, 24-LED, 48-LED, 168-LED) (o valor amarelo diz que não são iguais)

Para as oito combinações de tempo de observação e tempo de exposição à luz **TO\*EXL** (0-20, 24-20, 48-20, 168-20, 0-40, 24-40, 48-40, 168-40) (o valor amarelo diz que não são iguais)

Para as quatro combinações de fontes de luz e tempo de exposição **LUZ\*EXL** (luz halógena-20, luz halógena-40, LED-20, LED-40) (o valor amarelo diz que não são iguais).

E todas as outras combinações possíveis (na Tabela aparecem até para **TO\*LUZ\*EXL\*PRF**, que dará 64 combinações) (o valor amarelo diz que não são iguais).

No Anexo 3 estão todas as médias para todas as combinações.

No Anexo 4 estão como se arranjaram os dados.

No Anexo 5 aparecem às médias de LUZ e TEMPO DE EXPOSIÇÃO À LUZ, em combinações, para cada combinação de PROFUNDIDADE e TEMPO DE OBSERVAÇÃO. Desta Tabela podemos chegar aos seguintes resultados:

1. Para a profundidade de 1mm e tempo de observação de 0 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (19.323546) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (12.136540) se dá com 40 segundos de exposição.

2. Para profundidade de 1mm e tempo de observação de 24 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.
3. Para a profundidade de 1mm e tempo de observação de 48 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (22.407178) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (9.016302) se dá com 40 segundos de exposição.
4. Para profundidade de 1mm e tempo de observação de 168 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.
5. Para profundidade de 2mm e tempo de observação de 0 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.
6. Para a profundidade de 2mm e tempo de observação de 24 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (19.781800) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (8.317126) se dá com 40 segundos de exposição.

7. Para a profundidade de 2mm e tempo de observação de 48 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (23.053090) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (8.637956) se dá com 40 segundos de exposição.
8. Para profundidade de 2mm e tempo de observação de 168 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.
9. Para profundidade de 3mm e tempo de observação de 0 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.
10. Para a profundidade de 3mm e tempo de observação de 24 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (17.501551) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (6.396689) se dá com 40 segundos de exposição.
11. Para profundidade de 3mm e tempo de observação de 48 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.

12. Para profundidade de 3mm e tempo de observação de 168 horas: a melhor polimerização se dá com 40 segundos de exposição de luz halógena, e a menor para o LED exposto por 20 segundos; não existindo diferenças entre 20 segundos de luz halógena e 40 segundos de LED.
13. Para a profundidade de 4mm e tempo de observação de 0 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (15.927865) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (6.059491) se dá com 40 segundos de exposição.
14. Para a profundidade de 4mm e tempo de observação de 24 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (16.178983) se dá com 40 segundos de exposição à luz.
  - b. Com LED a maior conversão (3.775364) se dá com 40 segundos de exposição.
15. Para profundidade de 4mm e tempo de exposição de 48 horas não existem diferenças estatisticamente significativas entre a polimerização da luz halógena exposta por 40 e 20 segundos, sendo a menor polimerização obtida com LED exposto por 20 segundos.
16. Para a profundidade de 4mm e tempo de observação de 168 horas as polimerizações tem diferenças estatisticamente significativas:
  - a. Com luz halógena a maior conversão (16.968288) se dá com 40 segundos de exposição à luz.

b. Com LED a maior conversão (5.454168) se dá com 40 segundos de exposição.

Médias de conversão ordenadas em forma descendente mostrando que tratamentos são iguais:

Tabela 3 Médias de conversão

TO	LUZ	EXL	PRF	TRA	MCONV
168	1	40	2	<b>54</b>	26,93600
168	1	40	1	<b>53</b>	24,11400
48	1	40	2	<b>38</b>	23,05250
48	1	40	1	<b>37</b>	22,40800
24	1	40	1	<b>21</b>	21,73000
24	1	40	2	<b>22</b>	19,78250
0	1	40	1	<b>5</b>	19,32400
168	1	40	3	<b>55</b>	17,89500
0	1	40	2	<b>6</b>	17,75250
48	1	40	3	<b>39</b>	17,70750
24	1	40	3	<b>23</b>	17,50000
0	1	40	3	<b>7</b>	17,06000
168	1	40	4	<b>56</b>	16,96500
24	1	40	4	<b>24</b>	16,18000
48	1	40	4	<b>40</b>	15,96000
0	1	40	4	<b>8</b>	15,92800
168	1	20	1	<b>49</b>	15,76250
48	1	20	1	<b>33</b>	15,72750
24	1	20	1	<b>17</b>	15,19750
0	1	20	1	<b>1</b>	15,07250
48	1	20	2	<b>34</b>	14,74500
24	1	20	2	<b>18</b>	14,67750
168	1	20	2	<b>50</b>	14,58400
0	1	20	2	<b>2</b>	14,20400
48	1	20	3	<b>35</b>	14,03250
24	1	20	3	<b>19</b>	13,83800
168	1	20	3	<b>51</b>	13,82250
0	1	20	3	<b>3</b>	13,72750
48	1	20	4	<b>36</b>	13,56750
24	1	20	4	<b>20</b>	13,47600
168	1	20	4	<b>52</b>	13,44750



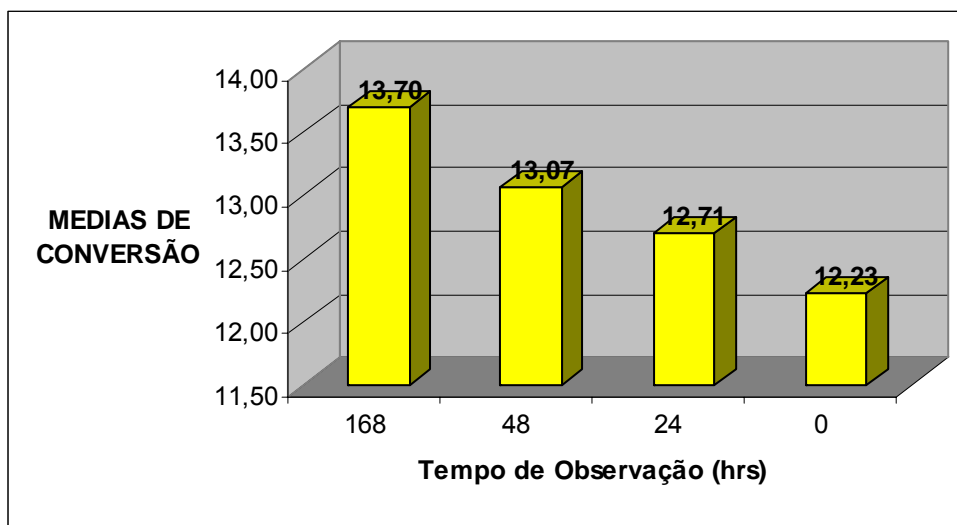
0	1	20	4	<b>4</b>	13,21750
168	2	40	1	<b>61</b>	13,13000
48	2	40	1	<b>45</b>	12,95250
24	2	40	1	<b>29</b>	12,88250
168	2	40	2	<b>62</b>	12,32750
0	2	40	1	<b>13</b>	12,13800
0	2	40	2	<b>14</b>	11,96000
168	2	40	3	<b>63</b>	11,94000
48	2	40	2	<b>46</b>	11,88000
48	2	40	3	<b>47</b>	11,73000
24	2	40	2	<b>30</b>	11,25200
0	2	40	3	<b>15</b>	11,17000
24	2	40	3	<b>31</b>	10,88000
24	2	40	4	<b>32</b>	10,70000
48	2	40	4	<b>48</b>	10,36000
168	2	20	1	<b>57</b>	10,25600
24	2	20	1	<b>25</b>	9,75200
0	2	40	4	<b>16</b>	9,70750
168	2	40	4	<b>64</b>	9,10600
48	2	20	1	<b>41</b>	9,01600
0	2	20	1	<b>9</b>	8,94400
48	2	20	2	<b>42</b>	8,63800
24	2	20	2	<b>26</b>	8,31600
168	2	20	2	<b>58</b>	7,80400
168	2	20	3	<b>59</b>	7,21600
0	2	20	2	<b>10</b>	7,01000
24	2	20	3	<b>27</b>	6,39800
48	2	20	3	<b>43</b>	6,39800
0	2	20	4	<b>12</b>	6,06000
168	2	20	4	<b>60</b>	5,45600
48	2	20	4	<b>44</b>	5,11000
0	2	20	3	<b>11</b>	4,88600
24	2	20	4	<b>28</b>	3,77400

Pode se observar desta Tabela que a luz halógena produz melhor conversão, 40 segundos de exposição produzem maior conversão que 20 segundos.

Resumindo, os seguintes Gráficos ilustram de forma esquemática os resultados obtidos da análise estatística.

O seguinte gráfico mostra a relação das variáveis tempo de observação e médias de conversão. Onde pode se observar que não há diferença entre os tempos de 24 e 48 horas, mas existe uma diferença estatisticamente significativa entre as médias dos tempos de observação de 0 horas e 168 horas.

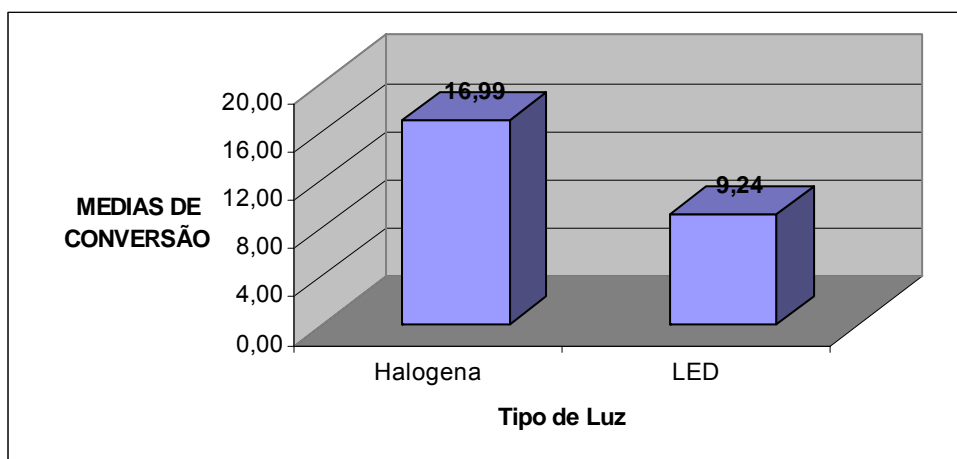
TO	MEDIAS DE CONVERSÃO
168	13,70
48	13,07
24	12,71
0	12,23



**GRÁFICO 1:** Médias de conversão e. tempo de observação.

O seguinte gráfico mostra a relação das variáveis: tipo de luz e médias de conversão. Onde pode se observar que há diferença entre os tipos de fonte de luz, halógena e LED, sendo melhor a conversão quando foi usada a luz halógena.

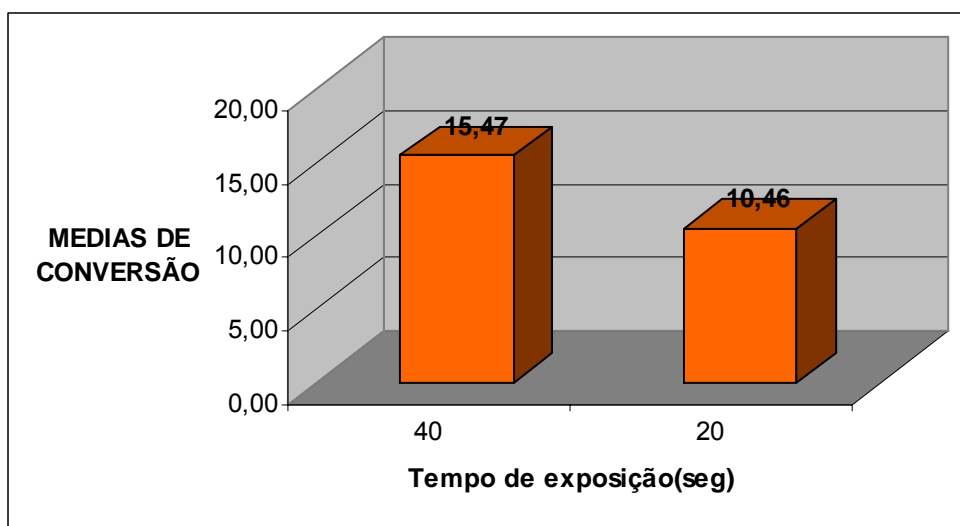
LUZ	MÉDIAS DE CONVERSÃO
Halógena	16,99
LED	9,24



**GRÁFICO 2:** Médias de conversão e. tipo de luz.

O seguinte gráfico mostra a relação das variáveis: tempo de exposição à luz e as médias de conversão. Onde pode se observar que há diferença entre os tempos de exposição a luz de 20 e 40 segundos, sendo melhor a conversão quando a resina foi polimerizada por 40 segundos.

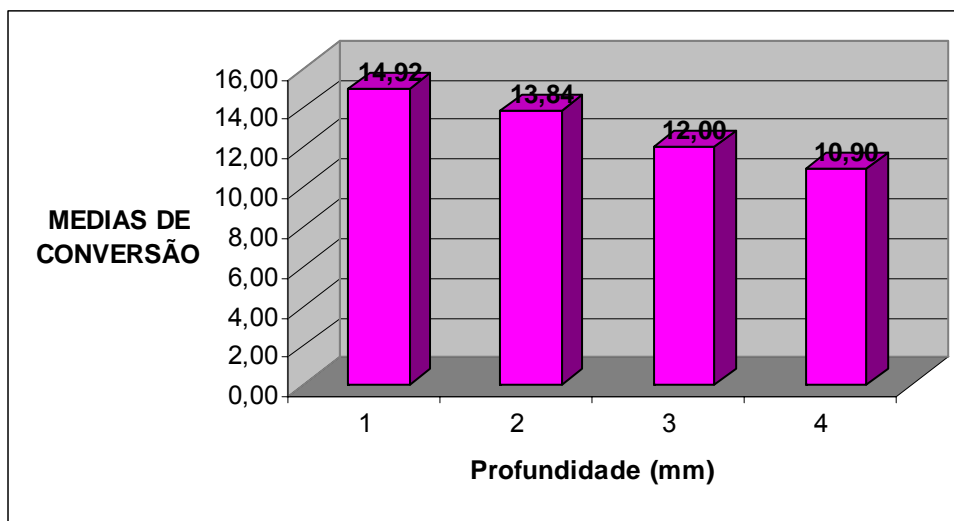
EXL	MEDIAS DE CONVERSÃO
40	15,47
20	10,46



**GRÁFICO 3:** Médias de conversão e. tempo de exposição à luz

O seguinte gráfico mostra a relação das variáveis: profundidade da superfície do corpo e as médias de conversão. Onde pode se observar que há diferença entre as profundidades, sendo a melhor conversão em profundidades de 1mm e diminuindo à medida que aumenta a profundidade.

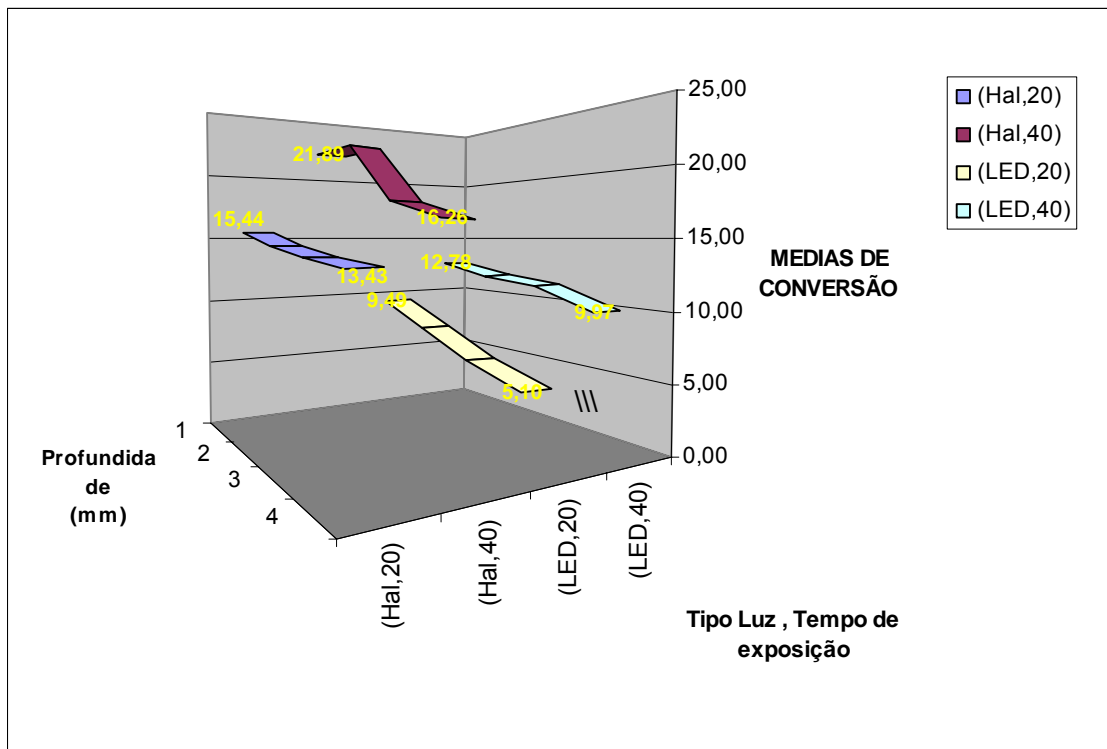
PRF	MEDIAS DE CONVERSÃO
1	14,92
2	13,84
3	12,00
4	10,90



**GRÁFICO 4:** Médias de conversão e. profundidade.

O seguinte gráfico mostra a relação das variáveis tempo de exposição a luz e tipo de luz versus profundidade. Onde pode se observar que há diferença entre os grupos, sendo melhor a conversão quando a resina foi polimerizada por 40 segundos e com luz halógena, seguida por a resina polimerizada por 20 segundos por luz halógena, depois o seguinte valor de conversão é da resina polimerizada por 40 segundos por LED e a resina com menor valor de conversão foi àquela polimerizada por 20 segundos com LED. Em todos os casos independentes da profundidade da resina.

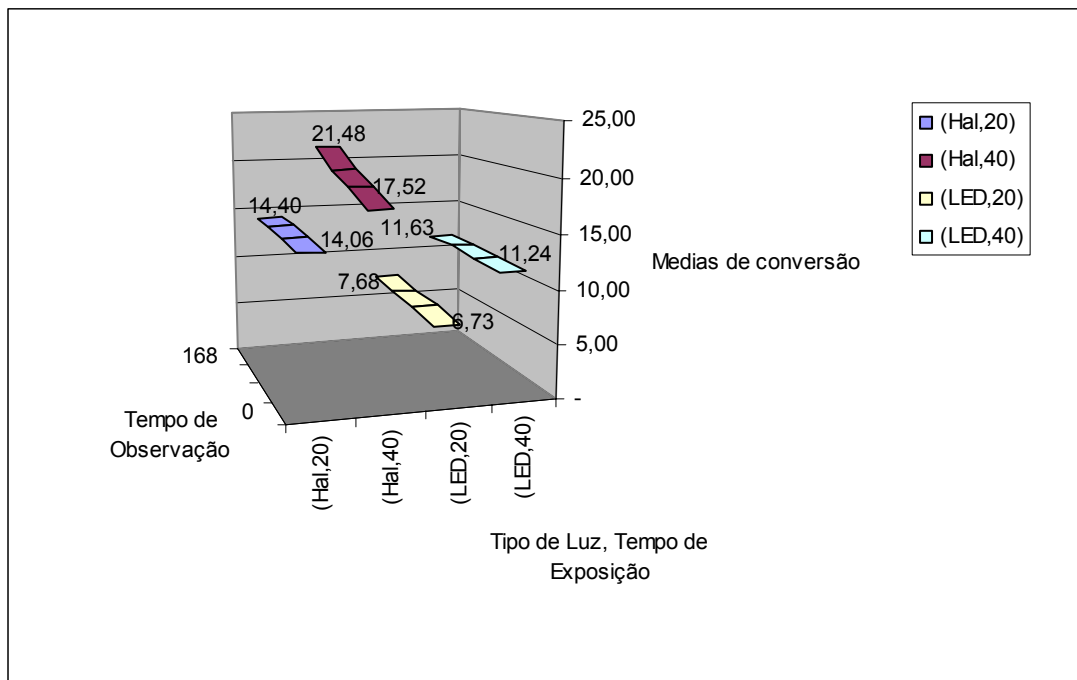
LUZ + EXL	PRF			
	1	2	3	4
(Hal,20)	15,44	14,55	13,85	13,43
(Hal,40)	21,89	21,88	17,54	16,26
(LED,20)	9,49	7,94	6,22	5,10
(LED,40)	12,78	11,85	11,43	9,97



**GRÁFICO 5:** Tempo de exposição a luz e tipo de luz versus profundidade.

O seguinte gráfico mostra a relação das variáveis tempo de exposição a luz e tipo de luz versus tempo de observação. Onde pode se observar que há diferença entre os grupos, sendo melhor a conversão quando a resina foi polimerizada por 40 segundos e com luz halógena, seguida por a resina polimerizada por 20 segundos por luz halógena, depois o seguinte valor de conversão é da resina polimerizada por 40 segundos por LED e a resina com menor valor de conversão foi àquela polimerizada por 20 segundos com LED. Em todos os casos independentes do tempo de observação.

LUZ,EXL	TO			
	168	48	24	0
(Hal,20)	14,40	14,52	14,30	14,06
(Hal,40)	21,48	19,78	18,80	17,52
(LED,20)	7,68	7,29	7,06	6,73
(LED,40)	11,63	11,73	11,43	11,24



**GRÁFICO 6:** Tempo de exposição a luz e tipo de luz versus tempo de observação.

---

---

# 6. DISCUSSÃO

---

---



## 6. Discussão

---

A conversão das resinas compostas é um dos fatores mais relacionados com as propriedades mecânicas das mesmas, assim como do seu sucesso clínico. Então, o estudo desta medida de conversão torna-se de grande interesse para o clínico e o pesquisador.

Existem alguns métodos que ajudam a determinar esta transformação de monômeros a polímeros, entre os quais temos meios químicos como a determinação de monômeros residuais e meios físicos como a espectrometria, entre as mais importantes estão a de Raman (R-IR) e a de Fourier (FTIR) e a NIR. Um dos primeiros artigos publicados em que usaram a espectrometria de infravermelho para avaliar grau de conversão de resinas fotopolimerizáveis foi escrito por Greener e Duke<sup>12</sup> em 1989. Eles avaliaram resinas para provisórios de facetas. São vários os autores que usaram a espectrometria no infravermelho com transformação de Fourier, para determinar o grau de conversão na polimerização da resina composta<sup>38,49,12,59,18,19,42,14,17,48,50,29,16,44</sup>. O método utilizado neste estudo é igual na metodologia a maioria deles, mas este foi realizado avaliando uma resina de diferente composição. As resinas usadas pelas outras pesquisas eram compostos criados laboratorialmente para avaliar os fatores que interferem na polimerização. Então a formulação dessas resinas era conhecida pelos pesquisadores. Mas na hora de avaliar resinas comerciais

a composição não é divulgada pelos fabricantes, sendo assim que o desenho do estudo pode estar direcionado para analisar determinadas bandas do espectro, mas na hora de fazer a análise, pode ser que na composição dessa resina não estejam evidentes os enlaces procurados. É por este motivo que tivemos que escolher outro enlace químico para obter o valor de conversão, já que o enlace com pico nos 1605, era muito fraco e quase ausente no composto sem polimerizar e polimerizado. Os motivos mais comuns pelos quais não se acha um enlace químico dentro do espectro são as seguintes e qualquer delas poderia ser aplicada no caso de nosso estudo. Quando existem frequências fundamentais que caem fora da região  $4.000-400\text{cm}^{-1}$ ; vibrações fundamentais muito fracas para serem observadas; vibrações fundamentais tão próximas que sua separação é muito difícil; ocorrência de bandas degeneradas provenientes de várias absorções de mesma frequência em moléculas de alta simetria; a não observação de vibrações fundamentais que não provocam alteração no momento de dipolo da molécula<sup>47</sup>.

Diferentes intensidades de luz podem ser obtidas variando a distância entre a fonte de luz e a resina a ser polimerizada. Quando a quantidade total da exposição, representada pelo produto da intensidade de luz e o tempo de radiação, é mantida constante, as profundidades de polimerização e as distribuições do DC, PC e PDB são as mesmas para materiais diferentes, independentes da intensidade de luz e o tempo de radiação. Segundo Nomoto<sup>30</sup>, a profundidade de polimerização pode ser expressada como uma função logarítmica da quantidade total de exposição e o coeficiente de atenuação e a quantidade total crítica de exposição, a qual pode iniciar a

polimerização de cada resina composta com a fonte de luz utilizada, isto pode ser expressado pela equação de regressão. Ele afirma também, que diferentes intensidades de luz foram obtidas variando a distância entre a ponta da luz e a superfície da resina<sup>30</sup>. Então, a distância da ponta de luz é outro fator que influencia na polimerização. Os resultados obtidos no nosso estudo foram eliminando este fator, já que se tivéssemos variado a distância da ponta até a superfície da resina os valores de conversão tivessem sido outros, mantendo as outras variáveis iguais. No estudo realizado por Park e Lee<sup>31</sup> em 1996, também se observa que à medida que a distância da ponta da fonte de luz e a resina aumentam a conversão diminui, neste estudo também foi utilizado o FTIR para a análise da polimerização.

As características da polimerização em resinas quimicamente ativadas estão influenciadas pela concentração e tipo de fotoiniciadores. Tem sido reportado que, o peróxido de benzoilo (BPO) amino e formulações de inibição influenciam o DC (grau de conversão) e as propriedades mecânicas das restaurações com estes materiais. Peutzfeldt e Asmussen<sup>33</sup> reportaram a influência do conteúdo de CQ, amino e inibidor na mistura do monômero com base de Bis-GMA/TEGDMA. Yoshida e Greener<sup>59</sup> concordam com estes resultados já que, o estudo que eles realizaram indicou que o DC da resina fotopolimerizável com base em TEGDMA-UDMA dependia das concentrações de CQ e DMAEMA. Este estudo realizado em 1994 também usou o FTIR para a análise do DC. Venhoven et al.<sup>64</sup> demonstraram que a contração poderia ser regulada significativamente, reduzindo as concentrações tanto do fotoiniciador como do agente redutor sem afetar a conversão, aumentando a exposição à fonte de luz por 60

segundos<sup>54</sup>. A quantidade do fotoativador também é um fator que influencia na polimerização. A sugestão seria que poderia ser feito um trabalho com FTIR avaliando a conversão das resinas com relação a quantidade de fotoiniciadores e agentes redutores, mas avaliando resinas comerciais.

O tempo de exposição da fonte de luz a resina foi estudada por Rueggeberg et al.<sup>38</sup>, demonstrando que, para uma polimerização uniforme são recomendados sessenta segundos de exposição a luz, os incrementos de resina não devem exceder os 2mm, sendo 1mm o ideal. Eles sugerem como intensidade ideal de luz 400mW/cm<sup>2</sup>.

A cor da resina também é um fator que influencia na polimerização, isto foi comprovado num estudo realizado por Tarle et al.<sup>49</sup>, onde observaram que todos os valores para graus de conversão foram menores para cores escuras de resina, comparados com cores claras e que, variando a fonte de luz, também varia a polimerização da matéria. Um fator importante para o dente na hora da polimerização é o aumento de temperatura, isto foi avaliado por Hussey et al.<sup>15</sup>, onde eles observaram que a temperatura aumenta entre 5.4±2.5°C durante a polimerização. Eles utilizaram a termografia do infravermelho para registrar o aumento de temperatura *in vivo*. O LED é um tipo de luz fria, que não produz aquecimento da resina e este aumento de temperatura produzido pela luz halógena convencional não ocorre com LED, pode ser esta uma explicação para avaliar nossos resultados, nos quais o LED teve valores baixos de conversão em comparação com a halógena em todas as situações estudadas. No estudo realizado por Park e Lee<sup>31</sup>, concluiu-se que quando é adicionado um calor externo à resina na polimerização, como uma panela a

vácuo, aumenta a conversão melhorando a polimerização da resina na parte mais externa dela. Demonstrando-se assim, a importância da temperatura no processo de polimerização. No estudo realizado por Lim et al.<sup>22</sup>, a combinação de energia inicial baixa seguida por um período de pausa antes de um período final de forte intensidade de luz, isto diminui a contração de polimerização. A diminuição no stress de polimerização não pode ser atribuída a reduções no grau de conversão ou a grandes contrações volumétricas. Halvorson et al.<sup>14</sup>, acharam uma relação recíproca entre o tempo de exposição e a intensidade de luz na conversão como uma função de dose total. Esta relação estabelece o perfil de polimerização como uma correlação universal entre o tempo de exposição e a intensidade. Enami et al.<sup>6</sup> avaliaram o efeito da intensidade da luz nas propriedades da polimerização, concluindo que a diminuição na intensidade da luz não diminuía em valores de % do grau de conversão no topo da resina. A diferença mais notória estava entre a conversão do topo e na base do corpo de resina e não na variação da intensidade da fonte de luz. As diminuições na intensidade de luz diminuía a força de contração e também na reação exotérmica da resina. Yoon et al.<sup>58</sup> avaliaram o grau de polimerização com diferentes fontes de luz, determinando que, o grau de conversão esteve significativamente influenciado pelas variáveis de material, profundidade da superfície, fonte de luz e nível de energia. Quando foi irradiada a mesma energia de luz, o grau de conversão pelo arco de plasma e LED não foram significativamente diferentes da luz halógena. Quando a energia de luz foi aumentada ao dobro, não foi observada diferença significativa até os 2mm

da superfície, mas o grau de conversão diminui significativamente a partir dos 3mm.

No ano 1995, Imazato et al.<sup>18</sup> observaram que, resinas compostas com grandes quantidades de TEGDMA apresentaram graus de conversão altos, os corpos de prova que foram recozidos (100°C por 15 min.) depois da polimerização aumentaram seu grau de conversão, no entanto os corpos que não foram recozidos diminuíram a descoloração à medida que aumentava a quantidade de TEGDMA. A relação entre descoloração e grau de conversão é inversamente proporcional. Este estudo também utilizou o FTIR como método para a avaliação do grau de conversão. As mesmas observações sobre a polimerização de resinas recozidas foram feitas por Tarumi et al.<sup>50</sup> em 1999. Lovell et al.<sup>25</sup>, investigaram o efeito da quantidade de conversão nas propriedades mecânicas de um dimetacrilato dental comum (75/25 peso% bis-GMA/TEGDMA). Este estudo demonstra que, tanto as resinas com bis-GMA e TEGDMA apresentam um comportamento de conversão similar, independente do método ou a quantidade de polimerização. Ajudando a entender que o comportamento da conversão de um monômero para polímero em resinas compostas é similar de uma resina a outra, independente de sua composição.

Um dos fatores envolvidos na polimerização das resinas compostas é a contração de polimerização e o stress produzido. Isto tem uma relevância clínica importante, devido a que estes valores de stress de contração, reportados em algumas pesquisas, podem superar as forças de adesão da resina com a dentina<sup>4</sup>. No ano 1998 Versluis et al.<sup>55</sup>, definiram alguns conceitos de polimerização e contração, por exemplo: fluxo é o transporte da

massa dentro de um meio viscoso; deformação é a distorção de um sólido sob carga; contração, é a densificação dentro de um sistema polimérico sem perda apreciável da massa. A direcionalidade é inerente ao fluxo e a deformação (exemplo, vetores). A contração de polimerização não tem direção (exemplo, escalar). Porém, a contração causa fluxo ou deformação, a qual tem uma direção de rede, dependendo da distribuição da contração, as propriedades mecânicas e as condições de limite<sup>55</sup>.

Os monômeros residuais encontrados em *liners* resinosos são os comumente achados em resinas compostas, é por isto que desde o ponto de vista de conversão eles devem ser classificados como resinas mais que como ionômeros, já que não foi achado nenhum resíduo da reação ácido-base. Não houve relação positiva entre a eficiência da polimerização dos *liners* e as propriedades óticas. A força de adesão dos *liners* com a dentina foi deficiente quando comparados com as resinas. Eles têm uma absorção de água e uma solubilidade maior que as resinas compostas. Neste estudo, observou-se que a conversão foi melhor no topo da resina que na base do corpo de prova<sup>19</sup>. Isto mesmo foi observado no nosso estudo, já que a resina do topo está exposta mais a luz que a resina da base, então ela recebe maior intensidade de resina. Sakaguchi et al.<sup>43</sup>, estudaram o papel desempenhado pela fonte de luz na polimerização das resinas, concluindo que a intensidade diminuía rapidamente com distâncias maiores de 2mm entre a ponta da fonte de luz e a resina. A contração de polimerização de uma resina micro-particulada e uma resina posterior (microhíbrida), usando um tempo e intensidades constantes, diminuía linearmente com o aumento da espessura da amostra. A deficiência na intensidade da fonte de luz pode

ser compensada com um aumento no tempo de exposição, dentro de limites razoáveis<sup>44</sup>. Concordando assim, com os nossos resultados, onde a polimerização melhora com o aumento no tempo de exposição, para qualquer das duas fontes de luz. Silikas et al.<sup>46</sup> também estudaram o grau de conversão em relação a contração de polimerização. Eles observaram que para os materiais e intensidades de luz estudadas, as correlações entre o grau de conversão e a contração que uma diminuição considerável nos problemas da contração poderiam resolver-se com uma redução do grau de conversão. Embora, isto deva ser analisado já que esta redução poderia afetar o desenvolvimento da resina, alterando negativamente as outras propriedades.

O desgaste da resina composta é um fator que é influenciado pela polimerização, tanto quanto pela composição da resina. A abrasão é um fenômeno que ocorre devido a remoção gradual da matriz resinosa, deixando as partículas sem suporte e susceptíveis a esfoliação. Nesta situação, a força mecânica da fase resinosa seria o fator controlador do desgaste. É lógico supor que o grau de conversão da matriz é quem faz a diferença no desgaste das resinas. Embora, no estudo feito *in vitro*, por Condon e Ferracane<sup>5</sup> em 1997, foi encontrada uma dependência pequena entre estes dois fatores, podendo-se explicar com a diferença entre um estudo *in vitro* (com resinas que não foram envelhecidas) e o envelhecimento que a resina sofre na boca. Para Sakaguchi et al.<sup>44</sup>, o grau de conversão entre resinas de diferentes composições têm diferenças. Eles comparam resinas microhíbridas, as quais tiveram menor (54,6%) grau de conversão que as resinas micro-particuladas (60,6%), observaram também



que há diferença na polimerização entre o momento da polimerização e 1 hora depois, sendo a conversão maior uma hora depois da polimerização<sup>48</sup>. Isto indica que, existe uma polimerização pós irradiação da luz, o mesmo que nos concluímos no nosso estudo, sendo que esta polimerização é pouca mas, que em intervalos grandes a diferença é significativa; como 0 e 168 depois da exposição à luz. Arcís et al.<sup>2</sup> avaliaram as propriedades mecânicas das resinas com partículas de reforço. De forma geral com a adição de partículas microscópicas, em lugar das nanoscópicas, ocorrem melhoras nas propriedades mecânicas. As propriedades mecânicas também melhoram com a adição do agente de união (ácido cítrico, acrílico ou metacrílico) . Com isto poderemos concluir que a composição das partículas da resina composta, influencia diretamente nas propriedades mecânicas da resina composta. A resina utilizada em nosso estudo foi a Filtek Supreme, que possui nanopartículas. Teria que ser tema de análise a vantagem deste tipo de resina nas propriedades da mesma. Ou ver se o tamanho das partículas é mais importante que o tipo de partículas. Para determinar quais resinas podem nos oferecer melhores propriedades mecânicas sem afetar a polimerização e a contração de polimerização.

Sakaguchi e Berge<sup>42</sup> concluíram que o grau de conversão da resina composta na superfície do topo da restauração, não foi tão sensível às mudanças na intensidade da luz quando comparado com a base. A aplicação de duas intensidades de luz resultou em valores do grau de conversão similares àqueles obtidos quando a resina foi polimerizada por uma luz de alta intensidade ou de baixa intensidade por 40s. A tensão de contração foi similar nos casos que a resina foi polimerizada por duas

intensidades e quando a resina foi polimerizada por uma intensidade baixa. Em nosso estudo, as diferenças no tipo de luz e tempo de exposição deram diferenças na conversão da resina. Isto pode ser atribuído a que as intensidades entre a luz halógena e o LED são muito diferentes e os tempos foram um o dobro do outro. Este comportamento e relação de conversão, mantiveram-se constante para as quatro profundidades avaliadas.

Estudos feitos por Imazato et al.<sup>17</sup> concluem que o grau de conversão da resina aumenta em forma proporcional ao aumento de TEDGMA e não há relação entre a absorção da água e o grau de conversão. Tarumi et al.<sup>50</sup> chegaram a conclusão que o aumento no conteúdo de TEGDMA em resinas compostas com base em Bis-Gma induzem menos polimerização pós radiação embora, as resinas com base em uretano tenham comportamento diferente daquelas com base em Bis-GMA. Para a avaliação de monômeros residuais da polimerização, Nomoto e Hirasawa<sup>29</sup>, concluíram que o exame com FTIR usando os picos de absorbância de NH é um método apropriado quando os monômeros resinosos não contêm compostos aromáticos. Este seria outro método que poderia ter sido usado no nosso estudo. Para a análise de um composto depois de uma reação química é importante estudar o espectro obtido para determinar que compostos estão presentes e assim fazer o análise usando os enlaces mais relevantes. Stansbury e Dickens<sup>48</sup> afirmaram que a análise de conversão de resinas dental mediante o teste de infravermelho curto (NIR) apresenta vantagens de conveniência. Devido ao vidro ser virtualmente transparente no NIR espectro, esta técnica tem excelente potencial para ser usada com resinas dentais com partículas. Rueggeberg et al.<sup>37</sup> estudaram os fatores que influenciam a polimerização a

diferentes profundidades concluindo que, no topo da resina, os fatores que influenciaram mais foram: tipo de partículas, duração da exposição e intensidade da luz. A 1mm os fatores de mais influência em ordem de importância foram: duração da exposição da luz, tipo de partícula e intensidade da fonte de luz. Nas profundidades de 2 e mais milímetros, as influências na polimerização estavam associadas a intensidade de luz, e duração de exposição da luz. A cor da resina e o tipo de partícula exerceram mínima influência na polimerização a estas profundidades. Este estudo é de grande relevância clínica , já que dá uma boa idéia de como as características das resinas influenciam na polimerização. Imazato et al.<sup>16</sup>, observaram que os valores do fator de conversão (DC) determinados por DTA (análise térmico diferencial) e FTIR mostraram concordância para a maioria dos materiais incluindo os compósitos. O DTA pode ser mais útil que o FTIR para medir DC para compósitos que tenham partículas de carga pré-polimerizadas, segundo estes autores.

O perfil de polimerização (porcentagem de conversão versus energia radiante aplicada) descreve uma diminuição gradual na conversão com uma diminuição da energia seguida de uma rápida descida. Sakaguchi et al.<sup>42</sup>, demonstraram a relação recíproca entre a irradiação (densidade da fonte) e tempo de exposição.

Ferracane et al.<sup>10</sup> analisaram a relação do grau de conversão da resina com o desgaste clínico desta. Concluindo que existia uma correlação negativa entre o grau de conversão e o desgaste abrasivo. Sendo assim, poderíamos dizer que em nosso estudo aquelas situações onde se obtiveram valores de polimerização menores, o comportamento clínico

esperado seria inferior àqueles que obtiveram valores de conversão mais altos.

---

---

# 7. CONCLUSÃO

---

---

## 7. Conclusão

---

1. Existem diferenças na polimerização das resinas, entre as diferentes condições propostas.
2. A luz halógena produz melhor polimerização que o LED em todas as condições testadas.
3. Independentemente do tipo de luz, o tempo de exposição de 40 segundos produz melhor polimerização que 20 segundos.
4. Usando um mesmo tipo de luz e um mesmo tempo de exposição, menores profundidades produzem melhores resultados de polimerização que profundidades maiores.
5. A polimerização aumenta com o tempo significativamente desde o momento da polimerização até as 168 horas (7 dias).

---

---

## **8. REFERÊNCIAS**

---

---

## 8. Referências\*

---

1. ANTONUCCI, J. M.; TOTH, E. E. Extent of polymerization of dental resins by differential scanning calorimetry. **J Dent Res.**, Chicago, v. 62, n. 2, p. 121-125, Feb. 1983.
2. ARCIS, R. W; LOPEZ-MACIPE, A; TOLEDANO, M; OSORIO, E; RODRIGUEZ-CLEMENTE, R; MURTRA, J; FANOVICH, M. A; PASCUAL, C. D. Mechanical properties of visible light-cured resins reinforced with hydroxyapatite for dental restoration. **Dent Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 1, p. 49-57, Jan. 2002.
3. BURNS, D. A.; CIURCCZAK, E.W. (Ed.). **Handbook of near infrared analysis. Practical spectroscopy series.** New York: Marcel Dekker, 1992. v. 13.
4. CARVALHO, R. M.; PEREIRA, J. C.; YOSHIYAMA, M.; PASHLEY, D. H. A review of polymerization contraction: the influence of stress development versus stress relief. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 21,n. 1, p. 17-24, Jan./Feb. 1996.
5. CONDON J. R.; FERRACANE, J. L. In vitro wear of composite with varied cure, filler level, and filler treatment. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 76, n. 7, p. 1405-1411, July 1997.
6. ENAMI, N; SODERHOLM, K. M; BERGLUND, L. A. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites of dental composites. **J. Dent.**, Bristol, v. 31, n. 3, p. 189-196, April 2003.
7. FERRACANE, J. L. Current trends in dental composites. **Crit. Rev. Oral Biol. Med.**, Boca Raton, v. 6, n. 4, p. 301-318, 1995.
8. FERRACANE, J. L.; CONDON, J. R. Post-cure heat treatments for composites: properties and fractography. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 8, n. 5, p. 290-295, Sept. 1992.

---

\* ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. NBR6023: informação e documentação: referências: elaboração. Rio de Janeiro, 2002. 24p.



9. FERRACANE, J. L.; GREENER, E. H. Fourier transform infrared analysis of degree of polymerization in infilled resins- methods comparison. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 63, n. 8, p. 1093-1095, Aug. 1984.
10. FERRACANE, J. L.; MITCHEM, J.C; CONDON, J. R; TODD, R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. **J Dent Res.**, Chicago, v. 76, n. 8, p. 1508-1516, Aug. 1997.
11. FREIBERG, R. S.; FERRACANE, J. L. Evaluation of cure properties and wear resistance of artglass dental composite. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v. 11, n. 5, p. 214-218, Oct 1998.
12. GREENER, E.; DUKE, S. Physical properties of two new crown and bridge veneering resins. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 16, n. 2, p. 203-209, Mar. 1989.
13. GUERRA, R. M.; DURÁN, I.; ORTIZ, P. FTIR monomer conversion analysis of UDMA-based dental resins. **J. Oral Rehabil.**, Oxford, v. 23, n. 9, p. 632-639, Sept. 1996.
14. HALVORSON, R. F.; ERICKSON, R. L.; DAVIDSON, C. L. Energy dependent polymerization of resin-based composite. **Dent Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 6, p. 463-469, Sept. 2002.
15. HUSSEY, D. L.; BIAGIONI, P.A.; LAMEY, P. J. Thermographic measurement of temperature change during resin composite polymerization in vivo. **J. Dent.**, Bristol, v. 23, n. 5, p. 267-271, Oct. 1995.
16. IMAZATO, S.; McCABE, J.F.; TARUMI, H.; EHARA, A.; EBISU, S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.17, n. 2, p. 178-183, Mar. 2001.
17. IMAZATO, S.; TARUMI, H.; KATO, S.; EBI, N.; EHARA, A.; EBISU, S. Water sorption, degree of conversion, and hydrophobicity of resins containing Bis-GMA and TEDGMA. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 18, n. 1, p. 124-132, Mar. 1999.
18. IMAZATO, S.; TARUMI, H.; KOBAYASHI, K.; HIRAGURI, H.; ODA, K.; TSUCHITANI, Y. Relationship between the degree of conversion and

- internal discoloration of light-activated composite. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 14, n. 1, p. 23-30, June 1995.
19. KAKABOURA, A.I.; ELIADES, G.C.; PALAGHIAS, G. Laboratory evaluation of three visible light cured resinous liners. **J. Dent.**, Bristol, v. 24, n. 3, p. 223-231, May 1996.
  20. KILDAL, K. K.; RUYTER, I. E. How different curing methods affect the degree of conversion of resin-based inlay/onlay materials. **Acta Odontol Scand.**, Stockholm, v. 52, n. 5p. 315-322, Oct. 1994.
  21. KOMATSU, K.; WANG, F. W. Fluorescence probe for cure monitoring of bonding agent in on surface. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 77, sp. iss., p. 808, 1998. Abstract 1410.
  22. LIM, B. S.; FERRACANE, J. L.; SAKAGUCHI, R. L.; CONDON, J. R. Reduction of polymerization contraction stress for dental composites by two-step light-activation. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 6, p. 436-444, Sept. 2002.
  23. LOSHAEK, S.; FOX, T. G. Cross-linked polymers. I. Factors influencing the efficiency of cross-linking in copolymers of methyl methacrylate and glycol dimethacrylates. **J. Am. Chem. Soc.**, Easton, v. 75, p. 3544- 3550, 1953.
  24. LOUDEN, J. D.; ROBERTS, T. A. Cure profiles of visible light-cured dental composites by Raman spectroscopy. **J. Raman Spectrosc.**, v. 14, p. 365-366, 1983.
  25. LOVELL, L. G.; LU, H.; ELLIOTT, J. E.; STANSBURY, J. W.; BOWMAN, C. N. The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 17, n. 6, p. 504-511, Nov. 2001.
  26. LUNDIN, S. A.; KOCH, G. Cure profiles of visible light-cured class II composite restorations in vivo and in vitro. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 8, n. 1, p. 7-9, Jan. 1992.
  27. MIYAZAKI, K.; HORIBE, T. J. Polymerization of multifunctional methacrylates and acrylates. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v. 22, n. 11, p. 1011-1022, Nov. 1998.

28. NOMOTO, R. Effect of light wavelength of polymerization of light-cured resins. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 16, n. 1, p. 60-73, June 1997.
29. NOMOTO, R.; HIRASAWA, T. Evaluation of the amount of residual monomer on UDMA-based resin by FTIR. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 18, n. 2, p. 176-183, June 1999.
30. NOMOTO, R.; UCHIDA, K.; HIRASAWA, T. Effect of light intensity on polymerization of light-cured composite resin. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v. 13, n. 2, p. 198-205, Dec. 1994.
31. PARK, S. H.; LEE, C. S. The difference in degree of conversion between light-cured and additional heat-cured composites. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 21, n. 5, p. 213-217, March 1996.
32. PEUTZFELDT, A. Resin composite in dentistry: The monomer system. **Eur. J. Oral Sci.**, Copenhagen, v. 105, n. 2, p. 97-116, April 1997.
33. PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN, E. Hardness of restorative resins: effect of camphoroquinone, amine, and inhibitor. **Acta Odontol. Scand.**, Stockholm, v. 47, n. 4, p. 229-231, Aug. 1989.
34. PRADHAN, R. N.; MELIKECHI, N.; EICHMILLER, F. The effect of irradiation bandwidth and spot size on the scraping depth and temperature rise in composite exposed to an argon laser or a conventional quartz-tungsten-halogen source. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 3, p. 221-226, May 2002.
35. RUEGGEBERG, F. A. Determination of resin cure using infrared analysis without an internal standard. **Dent. Mater.**, Chicago, v. 10, n. 4, p. 282-6, July 1994.
36. RUEGGEBERG, F. A.; TAMARESELY, K. Resin cure determination by polymerization shrinkage. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 11, n. 4, p. 265-268, July 1995.
37. RUEGGEBERG, F. A.; CAUGHMAN, W. F.; CURTIS JR, J.W. Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v. 6, n. 2, p. 91-95, Apr. 1993.
38. RUEGGEBERG, F. A.; CAUGHMAN, W. F.; CURTIS, J. W. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 19, n. 1, p. 26-32, Jan./Feb. 1994.

39. RUYTER, I.E.; GYÖRÖSI, P. P. An infrared spectroscopic study for sealants. **Scand. J. Dent. Res.**, Copenhagen, v. 84, n. 6, p. 396-400, Nov. 1976.
40. RUYTER, I.E.; OYSAED, H. Composites for use in posterior composites: composition and conversion. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v. 21, n. 1, p. 11-23, Jan. 1987.
41. RUYTER, I. E.; SVENDSEN, S. A. Remaining methacrylate groups in composite restorative materials. **Acta Odontol. Scand.**, Stockholm, v. 36, n. 2, p. 75-82, June 1978.
42. SAKAGUCHI, R. L.; BERGE, H. X. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. **J. Dent.**, Bristol, v. 26, n. 6, p. 695-700, Nov. 1998.
43. SAKAGUCHI, R. L.; DOUGLAS, W. H.; PETERS, M. C. R. B. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. **J. Dent.**, Bristol, v. 20, n. 3, p. 49-57, June 1992.
44. SAKAGUCHI, R. L.; SHAH, N. C.; In, B.; FERRACANE, J. L.; BORGENSEN, S.E. Dynamic mechanical analysis of storage modulus development in light-cured polymer matrix composites. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 18, n. 3, p. 197-202, May 2002.
45. SHIN, W. S.; LI, X. F.; SCHWARTZ, B.; WUNDER, S. L.; BARAN, G.R. Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 9, n. 5, p. 317-324, Sept. 1993.
46. SILIKAS, N.; ELIADES, G.; WATTS, D. C. Light intensity effects on resin composite degree of conversion and shrinkage strain. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 16, n. 4, p. 292-296, April 2000.
47. SILVERSTEIN, R. M.; WEBSTER, F. X. **Identificação espectrométrica de compostos orgânicos**. 6. ed.. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 2000. p. 67-135.
48. STANSBURY, J. W.; DICKENS S.H. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v.17, n. 1, p. 71-79, Jan. 2001.

49. TARLE, Z.; MENIGA, A.; RISTIC, M.; SUTALO, J.; PITCHLER, G. Polymerization of composites using pulsed laser. **Eur. J. Oral Sci.**, Copenhagen, v. 103, n. 6, p. 394-398, Dec. 1995.
50. TARUMI, H.; IMAZATO, S.; EHARA, A.; KATO, S.; EBI, N.; EBISU, S. Post-irradiation polymerization of composites containing bis-GMA and TEDGMA. **Dent Mater.**, Copenhagen, v. 15, n. 4, p. 238-242, July 1999.
51. URABE, H.; WAKASA, K.; YAMAKI, M. Cure performance of multifunctional monomers to photo-initiators: a thermoanalytical study on bis-GMA-based resins. **J. Mater. Sci.**, v. 26, p. 3185-3190, 1991.
52. VANKERCKHOVEN, H.; LAMBRECHTS, P.; Van BEYLEN, M.; DAVIDSON, C. L.; VANDERHERLE, G. Unreacted methacrylate groups on the surfaces of composite resins. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 61, n. 6, p. 791-795, June 1992.
53. VENHOVEN, B.A.; de GEE, A. J.; DAVIDSON, C. L. Polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylates resins. **Biomater.**, Amsterdam, v. 14, n. 11, p. 871-875, Sept. 1993.
54. VENHOVEN, B. A. M.; GEE, A. J.; DAVIDSON, C. L. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. **Biomater.**, Amsterdam, v. 17, n. 24, p. 2313-2318, Dez. 1996.
55. VERSLUIS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W. H. Do dental composites always shrink toward the light?. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 77, n. 6, p. 1435-1445, June 1998.
56. WU, W. L.; FANCONI, B. M. Post-curing of dental restorative resin. **Polym. Engng. Sci.**, v. 23, p.704-707, 1983.
57. YAP, A.; SENEVIRATNE, C. Influence of light energy density on effectiveness of composite cure. **Oper. Dent.**, Seattle, v. 26, n. 5, p. 460-466, Sept./Oct. 2001.
58. YOON, T. H.; LEE, Y. K.; LIM, E. C.; KIM, W. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. **J. Oral Rehabil.**, Seoul, v. 29, n. 12, p. 1165-1173, Fev. 2002.

59. YOSHIDA, K.; GREENER, E. H. Effect of photoinitiation on degree of conversion of unfilled light-cured resin. **J. Dent.**, Bristol, v. 22, n. 5, p. 296-9, Oct. 1994.

---

---

# 9. ANEXOS

---

---

**ANEXO 1 :Resultados de conversão obtidos após o análise das áreas das bandas dos espectros analisadas com o programa origin**

espectro	conversion	grupo
1	15,12	Grupo 1
2	14,67	Grupo 1
3	15,49	Grupo 1
4	#DIV/0!	Grupo 1
5	15,01	Grupo 1
6	14,70	Grupo 2
7	14,55	Grupo 2
8	14,36	Grupo 2
9	14,57	Grupo 2
10	12,84	Grupo 2
11	#DIV/0!	Grupo 3
12	13,69	Grupo 3
13	13,99	Grupo 3
14	13,76	Grupo 3
15	13,47	Grupo 3
16	#DIV/0!	Grupo 4
17	13,24	Grupo 4
18	13,33	Grupo 4
19	13,12	Grupo 4
20	13,18	Grupo 4
21	20,13	Grupo 5
22	19,25	Grupo 5
23	19,70	Grupo 5
24	18,73	Grupo 5
25	18,81	Grupo 5
26	#DIV/0!	Grupo 6
27	16,22	Grupo 6
28	18,54	Grupo 6
29	18,22	Grupo 6
30	18,03	Grupo 6
31	#DIV/0!	Grupo 7
32	16,98	Grupo 7
33	17,72	Grupo 7
34	16,90	Grupo 7
35	16,64	Grupo 7
36	16,43	Grupo 8
37	15,22	Grupo 8
38	16,14	Grupo 8
39	16,03	Grupo 8
40	15,82	Grupo 8
41	9,70	Grupo 9
42	9,54	Grupo 9
43	6,52	Grupo 9

44	9,02	Grupo 9
45	9,94	Grupo 9
46	3,68	Grupo 10
47	7,93	Grupo 10
48	8,33	Grupo 10
49	7,50	Grupo 10
50	7,61	Grupo 10
51	3,16	Grupo 11
52	6,00	Grupo 11
53	4,79	Grupo 11
54	4,96	Grupo 11
55	5,52	Grupo 11
56	12,13	Grupo 12
57	2,03	Grupo 12
58	4,28	Grupo 12
59	6,21	Grupo 12
60	5,65	Grupo 12
61	10,11	Grupo 13
62	12,99	Grupo 13
63	12,78	Grupo 13
64	12,51	Grupo 13
65	12,30	Grupo 13
66	12,20	Grupo 14
67	11,97	Grupo 14
68	12,43	Grupo 14
69	11,61	Grupo 14
70	11,59	Grupo 14
71	11,46	Grupo 15
72	#DIV/0!	Grupo 15
73	11,29	Grupo 15
74	10,73	Grupo 15
75	11,20	Grupo 15
76	#DIV/0!	Grupo 16
77	10,69	Grupo 16
78	6,54	Grupo 16
79	10,69	Grupo 16
80	10,91	Grupo 16
81	15,57	Grupo 17
82	15,51	Grupo 17
83	15,27	Grupo 17
84	14,44	Grupo 17
85	#DIV/0!	Grupo 17
86	14,93	Grupo 18
87	14,54	Grupo 18
88	14,45	Grupo 18



89	#DIV/0!	Grupo 18
90	14,79	Grupo 18
91	14,25	Grupo 19
92	14,03	Grupo 19
93	13,45	Grupo 19
94	13,70	Grupo 19
95	13,76	Grupo 19
96	13,69	Grupo 20
97	13,40	Grupo 20
98	13,36	Grupo 20
99	13,25	Grupo 20
100	13,68	Grupo 20
101	22,05	Grupo 21
102	23,22	Grupo 21
103	21,83	Grupo 21
104	20,89	Grupo 21
105	20,66	Grupo 21
106	#DIV/0!	Grupo 22
107	20,23	Grupo 22
108	19,11	Grupo 22
109	20,12	Grupo 22
110	19,67	Grupo 22
111	17,46	Grupo 23
112	17,00	Grupo 23
113	18,03	Grupo 23
114	17,17	Grupo 23
115	17,84	Grupo 23
116	16,43	Grupo 24
117	16,21	Grupo 24
118	16,38	Grupo 24
119	#DIV/0!	Grupo 24
120	15,70	Grupo 24
121	10,29	Grupo 25
122	9,76	Grupo 25
123	9,17	Grupo 25
124	9,59	Grupo 25
125	9,95	Grupo 25
126	8,55	Grupo 26
127	8,96	Grupo 26
128	7,18	Grupo 26
129	8,01	Grupo 26
130	8,88	Grupo 26
131	7,21	Grupo 27
132	7,45	Grupo 27
133	6,25	Grupo 27
134	5,46	Grupo 27
135	5,62	Grupo 27
136	4,91	Grupo 28
137	3,85	Grupo 28
138	1,86	Grupo 28
139	3,71	Grupo 28

140	4,54	Grupo 28
141	13,10	Grupo 29
142	12,93	Grupo 29
143	12,80	Grupo 29
144	#DIV/0!	Grupo 29
145	12,70	Grupo 29
146	11,70	Grupo 30
147	11,52	Grupo 30
148	11,33	Grupo 30
149	9,84	Grupo 30
150	11,87	Grupo 30
151	11,26	Grupo 31
152	10,70	Grupo 31
153	10,05	Grupo 31
154	11,01	Grupo 31
155	11,38	Grupo 31
156	10,83	Grupo 32
157	11,18	Grupo 32
158	10,42	Grupo 32
159	10,84	Grupo 32
160	10,23	Grupo 32
161	16,09	Grupo 33
162	#DIV/0!	Grupo 33
163	15,25	Grupo 33
164	15,90	Grupo 33
165	15,67	Grupo 33
166	#DIV/0!	Grupo 34
167	14,79	Grupo 34
168	14,67	Grupo 34
169	14,53	Grupo 34
170	14,99	Grupo 34
171	13,91	Grupo 35
172	14,13	Grupo 35
173	13,83	Grupo 35
174	14,26	Grupo 35
175	#DIV/0!	Grupo 35
176	13,40	Grupo 36
177	13,67	Grupo 36
178	13,54	Grupo 36
179	#DIV/0!	Grupo 36
180	13,66	Grupo 36
181	22,70	Grupo 37
182	23,80	Grupo 37
183	21,30	Grupo 37
184	23,40	Grupo 37
185	20,84	Grupo 37
186	#DIV/0!	Grupo 38
187	27,67	Grupo 38
188	24,62	Grupo 38
189	19,43	Grupo 38
190	20,49	Grupo 38

191	17,51	Grupo 39
192	17,21	Grupo 39
193	17,81	Grupo 39
194	18,30	Grupo 39
195	#DIV/0!	Grupo 39
196	16,44	Grupo 40
197	#DIV/0!	Grupo 40
198	14,72	Grupo 40
199	16,42	Grupo 40
200	16,26	Grupo 40
201	5,13	Grupo 41
202	9,96	Grupo 41
203	10,62	Grupo 41
204	9,76	Grupo 41
205	9,61	Grupo 41
206	8,32	Grupo 42
207	8,49	Grupo 42
208	8,78	Grupo 42
209	8,59	Grupo 42
210	9,01	Grupo 42
211	7,61	Grupo 43
212	3,84	Grupo 43
213	7,02	Grupo 43
214	7,26	Grupo 43
215	6,26	Grupo 43
216	5,46	Grupo 44
217	4,94	Grupo 44
218	3,36	Grupo 44
219	5,75	Grupo 44
220	6,04	Grupo 44
221	#DIV/0!	Grupo 45
222	13,19	Grupo 45
223	12,86	Grupo 45
224	12,60	Grupo 45
225	13,16	Grupo 45
226	12,90	Grupo 46
227	12,44	Grupo 46
228	12,02	Grupo 46
229	#DIV/0!	Grupo 46
230	10,16	Grupo 46
231	12,08	Grupo 47
232	11,69	Grupo 47
233	11,42	Grupo 47
234	#DIV/0!	Grupo 47
235	11,73	Grupo 47
236	10,00	Grupo 48
237	10,68	Grupo 48
238	10,40	Grupo 48
239	10,14	Grupo 48
240	10,58	Grupo 48
241	15,87	Grupo 49

242	16,11	Grupo 49
243	15,55	Grupo 49
244	#DIV/0!	Grupo 49
245	15,52	Grupo 49
246	15,40	Grupo 50
247	13,04	Grupo 50
248	15,09	Grupo 50
249	14,72	Grupo 50
250	14,67	Grupo 50
251	#DIV/0!	Grupo 51
252	14,32	Grupo 51
253	14,16	Grupo 51
254	13,83	Grupo 51
255	12,98	Grupo 51
256	13,75	Grupo 52
257	14,17	Grupo 52
258	#DIV/0!	Grupo 52
259	13,43	Grupo 52
260	12,44	Grupo 52
261	25,63	Grupo 53
262	29,09	Grupo 53
263	20,71	Grupo 53
264	23,25	Grupo 53
265	21,89	Grupo 53
266	24,43	Grupo 54
267	28,49	Grupo 54
268	27,23	Grupo 54
269	21,98	Grupo 54
270	32,55	Grupo 54
271	#DIV/0!	Grupo 55
272	17,96	Grupo 55
273	17,72	Grupo 55
274	18,37	Grupo 55
275	17,53	Grupo 55
276	17,67	Grupo 56
277	16,75	Grupo 56
278	16,47	Grupo 56
279	16,97	Grupo 56
280	#REF!	Grupo 56
281	10,59	Grupo 57
282	10,28	Grupo 57
283	9,81	Grupo 57
284	10,62	Grupo 57
285	9,98	Grupo 57
286	2,90	Grupo 58
287	9,42	Grupo 58
288	8,89	Grupo 58
289	8,72	Grupo 58
290	9,09	Grupo 58
291	6,82	Grupo 59
292	7,50	Grupo 59

293	7,60	Grupo 59
294	6,51	Grupo 59
295	7,65	Grupo 59
296	6,08	Grupo 60
297	5,12	Grupo 60
298	4,55	Grupo 60
299	5,78	Grupo 60
300	5,75	Grupo 60
301	13,16	Grupo 61
302	13,38	Grupo 61
303	13,04	Grupo 61
304	12,82	Grupo 61
305	13,25	Grupo 61
306	12,54	Grupo 62

307	12,46	Grupo 62
308	12,31	Grupo 62
309	12,00	Grupo 62
310	#DIV/0!	Grupo 62
311	12,39	Grupo 63
312	11,90	Grupo 63
313	11,60	Grupo 63
314	11,53	Grupo 63
315	12,28	Grupo 63
316	9,58	Grupo 64
317	8,95	Grupo 64
318	9,34	Grupo 64
319	9,06	Grupo 64
320	8,60	Grupo 64

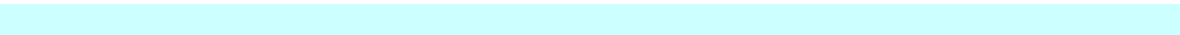
**ANEXO 2: Média dos valores de conversão de cada um dos 64 grupos/tratamentos (medias de 4 ou 5 repetições)**

The SAS System

General Linear Models Procedure

Level of TRA	N	-----CONV-----	
		Mean	SD
1	4	15.0725000	0.33787325
2	5	14.2040000	0.77209455
3	4	13.7275000	0.21422340
4	4	13.2175000	0.08958236
5	5	19.3240000	0.59445774
6	4	17.7525000	1.04311632
7	4	17.0600000	0.46332134
8	5	15.9280000	0.45284655
9	5	8.9440000	1.39645265
10	5	7.0100000	1.88929881
11	5	4.8860000	1.07665222
12	5	6.0600000	3.75648772
13	5	12.1380000	1.16355919
14	5	11.9600000	0.36674242
15	4	11.1700000	0.31251667
16	4	9.7075000	2.11421183
17	4	15.1975000	0.52136839
18	4	14.6775000	0.22141590
19	5	13.8380000	0.30914398
20	5	13.4760000	0.19856989
21	5	21.7300000	1.02261919
22	4	19.7825000	0.50959952
23	5	17.5000000	0.43502873
24	4	16.1800000	0.33356659
25	5	9.7520000	0.41643727
26	5	8.3160000	0.73683784
27	5	6.3980000	0.90458278
28	5	3.7740000	1.17797708
29	4	12.8825000	0.17289207
30	5	11.2520000	0.81459806
31	5	10.8800000	0.53211841
32	5	10.7000000	0.37623131
33	4	15.7275000	0.36169739
34	4	14.7450000	0.19485037
35	4	14.0325000	0.19771613

36	4	13.5675000	0.12632630
37	5	22.4080000	1.29356871
38	4	23.0525000	3.80645395
39	4	17.7075000	0.46478490
40	4	15.9600000	0.83058213
41	5	9.0160000	2.20631593
42	5	8.6380000	0.26640195
43	5	6.3980000	1.51338032
44	5	5.1100000	1.05929222
45	4	12.9525000	0.27825348
46	4	11.8800000	1.20166551
47	4	11.7300000	0.27092434
48	5	10.3600000	0.28740216
49	4	15.7625000	0.28063915
50	5	14.5840000	0.91264999
51	4	13.8225000	0.59757147
52	4	13.4475000	0.73685706
53	5	24.1140000	3.32936631
54	5	26.9360000	4.02679525
55	4	17.8950000	0.36226142
56	4	16.9650000	0.51260771
57	5	10.2560000	0.36045804
58	5	7.8040000	2.75376651
59	5	7.2160000	0.51761955
60	5	5.4560000	0.61532918
61	5	13.1300000	0.21330729
62	4	12.3275000	0.23824007
63	5	11.9400000	0.38839413
64	5	9.1060000	0.37480662



### ANEXO 3: Médias para todas as combinações

Level of TO	N	Mean	SD
0	73	12.2342466	4.39764265
24	75	12.7061333	4.69247353
48	70	13.0724286	5.19149121
168	74	13.6971622	5.98790093

Level of LUZ	N	Mean	SD
1	139	16.9900719	3.76247731
2	153	9.2359477	2.86803032

Level of EXL	N	Mean	SD
20	148	10.4572297	3.98800648
40	144	15.4656250	4.88631967

Level of PRF	N	Mean	SD
1	74	14.9248649	4.98282591
2	73	13.8409589	5.72649427
3	72	11.9980556	4.27371878
4	73	10.9045205	4.40258700

Level of TO	Level of LUZ	N	Mean	SD
0	1	35	15.8457143	2.11050076
0	2	38	8.9078947	3.13667767
24	1	36	16.5575000	2.89795926
24	2	39	9.1510256	2.84970524
48	1	33	17.3093939	3.78587997
48	2	37	9.2935135	2.78999922
168	1	35	18.2782857	5.24547732
168	2	39	9.5858974	2.75379711

Level of TO	Level of EXL	N	Mean	SD
0	20	37	10.0970270	4.19203800
0	40	36	14.4308333	3.45206884
24	20	38	10.4544737	4.05420416
24	40	37	15.0186486	4.18579221
48	20	36	10.5027778	4.00269453
48	40	34	15.7932353	4.95280069
168	20	37	10.7759459	3.82876645
168	40	37	16.6183784	6.36438070

Level of TO	Level of EXL	N	Mean	SD
0	20	37	10.0970270	4.19203800
0	40	36	14.4308333	3.45206884
24	20	38	10.4544737	4.05420416
24	40	37	15.0186486	4.18579221
48	20	36	10.5027778	4.00269453
48	40	34	15.7932353	4.95280069
168	20	37	10.7759459	3.82876645
168	40	37	16.6183784	6.36438070

LUZ	EXL	N	Mean	SD	
1	20	68	14.3014706	0.88241403	
1	40	71	19.5650704	3.66269529	
2	20	80	7.1896250	2.32392861	
2	40	73	11.4784932	1.29918422	
Level of TO	Level of LUZ	Level of EXL	N	Mean	SD
0	1	20	17	14.0641176	0.80522558
0	1	40	18	17.5283333	1.45819893
0	2	20	20	6.7250000	2.58849987
0	2	40	18	11.3333333	1.44582970
24	1	20	18	14.2261111	0.75375249
24	1	40	18	18.8888889	2.28298022
24	2	20	20	7.0600000	2.42781253
24	2	40	19	11.3521053	0.97473403
48	1	20	16	14.5181250	0.86740393
48	1	40	17	19.9364706	3.58278513
48	2	20	20	7.2905000	2.11667683
48	2	40	17	11.6500000	1.13077960
168	1	20	17	14.4147059	1.08462043
168	1	40	18	21.9272222	4.98975516
168	2	20	20	7.6830000	2.20647158
168	2	40	19	11.5889474	1.61615076
Level of TO	Level of PRF	N	Mean	SD	
0	1	19	13.8063158	4.12132558	
0	2	19	12.4673684	4.06527277	
0	3	17	11.3094118	4.79424065	
0	4	18	11.2022222	4.47054485	
24	1	18	14.9850000	4.77765048	
24	2	18	13.0933333	4.37800250	
24	3	20	12.1540000	4.20773648	
24	4	19	10.7615789	4.74362761	
48	1	18	15.1022222	5.41740610	
48	2	17	14.2294118	5.80434263	
48	3	17	12.1100000	4.42980812	
48	4	18	10.8588889	4.24860515	
168	1	19	15.8184211	5.67750460	
168	2	19	15.5752632	7.79278325	
168	3	18	12.3694444	3.96621537	
168	4	18	10.8033333	4.48329711	
Level of LUZ	Level of PRF	N	Mean	SD	
1	1	36	19.0255556	3.73905293	
1	2	35	18.2474286	4.99252579	
1	3	34	15.6961765	1.91692622	
1	4	34	14.8344118	1.51873590	
2	1	38	11.0400000	1.97484040	
2	2	38	9.7823684	2.37145346	
2	3	38	8.6892105	2.82125655	
2	4	39	7.4784615	2.97608144	

Level of	Level of	-----CONV-----			
EXL	PRF	N	Mean	SD	
20	1	36	12.1355556	3.17202994	
20	2	38	11.0650000	3.57627146	
20	3	37	9.7300000	3.97609105	
20	4	37	8.9272973	4.47767961	
40	1	38	17.5673684	4.97259010	
40	2	35	16.8548571	6.12877992	
40	3	35	14.3957143	3.14417883	
40	4	36	12.9366667	3.29700730	
Level of	Level of	Level of	-----CONV-----		
TO	LUZ	PRF	N	Mean	SD
0	1	1	9	17.4344444	2.28919260
0	1	2	9	15.7811111	2.05032585
0	1	3	8	15.3937500	1.81236970
0	1	4	9	14.7233333	1.46503413
0	2	1	10	10.5410000	2.07417695
0	2	2	10	9.4850000	2.90730975
0	2	3	9	7.6788889	3.40371651
0	2	4	9	7.6811111	3.52525689
24	1	1	9	18.8266667	3.53250265
24	1	2	8	17.2300000	2.75287382
24	1	3	10	15.6690000	1.96256323
24	1	4	9	14.6777778	1.44652841
24	2	1	9	11.1433333	1.67933022
24	2	2	10	9.7840000	1.71192679
24	2	3	10	8.6390000	2.46365785
24	2	4	10	7.2370000	3.74225734
48	1	1	9	19.4388889	3.64454196
48	1	2	8	18.8987500	5.09355738
48	1	3	8	15.8700000	1.99200545
48	1	4	8	14.7637500	1.39209952
48	2	1	9	10.7655556	2.60142322
48	2	2	9	10.0788889	1.86991607
48	2	3	9	8.7677778	3.01163900
48	2	4	10	7.7350000	2.86210975
168	1	1	9	20.4022222	4.99461655
168	1	2	10	20.7600000	7.06809577
168	1	3	8	15.8587500	2.22439358
168	1	4	8	15.2062500	1.96987264
168	2	1	10	11.6930000	1.54025287
168	2	2	9	9.8144444	3.08168830
168	2	3	10	9.5780000	2.52686807
168	2	4	10	7.2810000	1.98277835
Level of	Level of	Level of	-----CONV-----		
TO	EXL	PRF	N	Mean	SD
0	20	1	9	11.6677778	3.38389856
0	20	2	10	10.6070000	4.02832209
0	20	3	9	8.8155556	4.72348153
0	20	4	9	9.2411111	4.61401247
0	40	1	10	15.7310000	3.88623625
0	40	2	9	14.5344444	3.12978878
0	40	3	8	14.1150000	3.16952452
0	40	4	9	13.1633333	3.53938554



24	20	1	9	12.1722222	2.90270898	
24	20	2	9	11.1433333	3.39575470	
24	20	3	10	10.1180000	3.97267556	
24	20	4	10	8.6250000	5.17504965	
24	40	1	9	17.7977778	4.71996234	
24	40	2	9	15.0433333	4.54344583	
24	40	3	10	14.1900000	3.51900554	
24	40	4	9	13.1355556	2.90762408	
48	20	1	9	11.9988889	3.87237151	
48	20	2	9	11.3522222	3.22638644	
48	20	3	9	9.7911111	4.16536446	
48	20	4	9	8.8688889	4.52065107	
48	40	1	9	18.2055556	5.06959838	
48	40	2	8	17.4662500	6.51864126	
48	40	3	8	14.7187500	3.21446035	
48	40	4	9	12.8488889	3.00185128	
168	20	1	9	12.7033333	2.91841567	
168	20	2	10	11.1940000	4.06319032	
168	20	3	9	10.1522222	3.52018742	
168	20	4	9	9.0077778	4.25827952	
168	40	1	10	18.6220000	6.20162488	
168	40	2	9	20.4433333	8.21029232	
168	40	3	9	14.5866667	3.15835400	
168	40	4	9	12.5988889	4.16238046	
-----CONV-----						
Level of	Level of	Level of	Level of	Mean	SD	
LUZ	EXL	PRF	N			
1	20	1	16	15.4400000	0.46966655	
1	20	2	18	14.5350000	0.63220669	
1	20	3	17	13.8541176	0.34507352	
1	20	4	17	13.4300000	0.36457167	
1	40	1	20	21.8940000	2.46822416	
1	40	2	17	22.1782353	4.54090194	
1	40	3	17	17.5382353	0.49928994	
1	40	4	17	16.2388235	0.65808322	
2	20	1	20	9.4920000	1.34508697	
2	20	2	20	7.9420000	1.69559988	
2	20	3	20	6.2245000	1.30418547	
2	20	4	20	5.1000000	2.07785061	
2	40	1	18	12.7600000	0.71729065	
2	40	2	18	11.8272222	0.78400784	
2	40	3	18	11.4277778	0.57866536	
2	40	4	19	9.9821053	1.11301682	
-----CONV-----						
Level of	Level of	Level of	Level of	Mean	SD	
TO	LUZ	EXL	PRF			
0	1	20	1	4	15.0725000	0.33787325
0	1	20	2	5	14.2040000	0.77209455
0	1	20	3	4	13.7275000	0.21422340
0	1	20	4	4	13.2175000	0.08958236
0	1	40	1	5	19.3240000	0.59445774
0	1	40	2	4	17.7525000	1.04311632
0	1	40	3	4	17.0600000	0.46332134
0	1	40	4	5	15.9280000	0.45284655
0	2	20	1	5	8.9440000	1.39645265
0	2	20	2	5	7.0100000	1.88929881
0	2	20	3	5	4.8860000	1.07665222

0	2	20	4	5	6.0600000	3.75648772
0	2	40	1	5	12.1380000	1.16355919
0	2	40	2	5	11.9600000	0.36674242
0	2	40	3	4	11.1700000	0.31251667
0	2	40	4	4	9.7075000	2.11421183
24	1	20	1	4	15.1975000	0.52136839
24	1	20	2	4	14.6775000	0.22141590
24	1	20	3	5	13.8380000	0.30914398
24	1	20	4	5	13.4760000	0.19856989
24	1	40	1	5	21.7300000	1.02261919
24	1	40	2	4	19.7825000	0.50959952
24	1	40	3	5	17.5000000	0.43502873
24	1	40	4	4	16.1800000	0.33356659
24	2	20	1	5	9.7520000	0.41643727
24	2	20	2	5	8.3160000	0.73683784
24	2	20	3	5	6.3980000	0.90458278
24	2	20	4	5	3.7740000	1.17797708
24	2	40	1	4	12.8825000	0.17289207
24	2	40	2	5	11.2520000	0.81459806
24	2	40	3	5	10.8800000	0.53211841
24	2	40	4	5	10.7000000	0.37623131
48	1	20	1	4	15.7275000	0.36169739
48	1	20	2	4	14.7450000	0.19485037
48	1	20	3	4	14.0325000	0.19771613
48	1	20	4	4	13.5675000	0.12632630
48	1	40	1	5	22.4080000	1.29356871
48	1	40	2	4	23.0525000	3.80645395
48	1	40	3	4	17.7075000	0.46478490
48	1	40	4	4	15.9600000	0.83058213
48	2	20	1	5	9.0160000	2.20631593
48	2	20	2	5	8.6380000	0.26640195
48	2	20	3	5	6.3980000	1.51338032
48	2	20	4	5	5.1100000	1.05929222
48	2	40	1	4	12.9525000	0.27825348
48	2	40	2	4	11.8800000	1.20166551
48	2	40	3	4	11.7300000	0.27092434
48	2	40	4	5	10.3600000	0.28740216
168	1	20	1	4	15.7625000	0.28063915
168	1	20	2	5	14.5840000	0.91264999
168	1	20	3	4	13.8225000	0.59757147
168	1	20	4	4	13.4475000	0.73685706
168	1	40	1	5	24.1140000	3.32936631
168	1	40	2	5	26.9360000	4.02679525
168	1	40	3	4	17.8950000	0.36226142
168	1	40	4	4	16.9650000	0.51260771
168	2	20	1	5	10.2560000	0.36045804
168	2	20	2	5	7.8040000	2.75376651
168	2	20	3	5	7.2160000	0.51761955
168	2	20	4	5	5.4560000	0.61532918
168	2	40	1	5	13.1300000	0.21330729
168	2	40	2	4	12.3275000	0.23824007
168	2	40	3	5	11.9400000	0.38839413
168	2	40	4	5	9.1060000	0.37480662

## ANEXO 4: Arranjo dos dados dos tratamentos

TO	LUZ	EXL	PRF	TRA	MCONV	MERITO						NUMERO	PROMEDIO
							1	2	3	4	5	DE	DE LOS
												CASOS	CASOS
0	1	20	1	1	15,07250	20	15,12	14,67	15,49	.	15,01	4	15,073094
0	1	20	2	2	14,20400	24	14,70	14,55	14,36	14,57	12,84	5	14,206804
0	1	20	3	3	13,72750	28	.	13,69	13,99	13,76	13,47	4	13,728151
0	1	20	4	4	13,21750	32	.	13,24	13,33	13,12	13,18	4	13,216551
0	1	40	1	5	19,32400	7	20,13	19,25	19,70	18,73	18,81	5	19,323546
0	1	40	2	6	17,75250	9	.	16,22	18,54	18,22	18,03	4	17,749917
0	1	40	3	7	17,06000	12	.	16,98	17,72	16,90	16,64	4	17,059975
0	1	40	4	8	15,92800	16	16,43	15,22	16,14	16,03	15,82	5	15,927865
0	2	20	1	9	8,94400	52	9,70	9,54	6,52	9,02	9,94	5	8,944786
0	2	20	2	10	7,01000	57	3,68	7,93	8,33	7,50	7,61	5	7,011633
0	2	20	3	11	4,88600	63	3,16	6,00	4,79	4,96	5,52	5	4,886308
0	2	20	4	12	6,06000	60	12,13	2,03	4,28	6,21	5,65	5	6,059491
0	2	40	1	13	12,13800	37	10,11	-1,94	12,78	12,51	12,30	5	12,136540
0	2	40	2	14	11,96000	38	12,20	11,97	12,43	11,61	11,59	5	11,957406
0	2	40	3	15	11,17000	43	11,46	.	11,29	10,73	11,20	4	11,169739
0	2	40	4	16	9,70750	49	.	10,69	6,54	10,69	10,91	4	9,709558
24	1	20	1	17	15,19750	19	15,57	15,51	15,27	14,44	.	4	15,197743
24	1	20	2	18	14,67750	22	14,93	14,54	14,45	.	14,79	4	14,680272
24	1	20	3	19	13,83800	26	14,25	14,03	13,45	13,70	13,76	5	13,835299
24	1	20	4	20	13,47600	30	13,69	13,40	13,36	13,25	13,68	5	13,476889
24	1	40	1	21	21,73000	5	22,05	23,22	21,83	20,89	20,66	5	21,729921
24	1	40	2	22	19,78250	6	.	20,23	19,11	20,12	19,67	4	19,781800
24	1	40	3	23	17,50000	11	17,46	17,00	18,03	17,17	17,84	5	17,501551
24	1	40	4	24	16,18000	14	16,43	16,21	16,38	.	15,70	4	16,178983
24	2	20	1	25	9,75200	48	10,29	9,76	9,17	9,59	9,95	5	9,751617
24	2	20	2	26	8,31600	54	8,55	8,96	7,18	8,01	8,88	5	8,317126
24	2	20	3	27	6,39800	58	7,21	7,45	6,25	5,46	5,62	5	6,396689
24	2	20	4	28	3,77400	64	4,91	3,85	1,86	3,71	4,54	5	3,775364
24	2	40	1	29	12,88250	35	13,10	12,93	12,80	.	12,70	4	12,883032
24	2	40	2	30	11,25200	42	11,70	11,52	11,33	9,84	11,87	5	11,251411
24	2	40	3	31	10,88000	44	11,26	10,70	10,05	11,01	11,38	5	10,881794
24	2	40	4	32	10,70000	45	10,83	11,18	10,42	10,84	10,23	5	10,699563
48	1	20	1	33	15,72750	18	16,09	.	15,25	15,90	15,67	4	15,727325
48	1	20	2	34	14,74500	21	.	14,79	14,67	14,53	14,99	4	14,745656
48	1	20	3	35	14,03250	25	13,91	14,13	13,83	14,26	.	4	14,034071
48	1	20	4	36	13,56750	29	13,40	13,67	13,54	.	13,66	4	13,564495
48	1	40	1	37	22,40800	4	22,70	23,80	21,30	23,40	20,84	5	22,407178
48	1	40	2	38	23,05250	3	.	27,67	24,62	19,43	20,49	4	23,053090
48	1	40	3	39	17,70750	10	17,51	17,21	17,81	18,30	.	4	17,708000
48	1	40	4	40	15,96000	15	16,44	.	14,72	16,42	16,26	4	15,961164
48	2	20	1	41	9,01600	51	5,13	9,96	10,62	9,76	9,61	5	9,016302
48	2	20	2	42	8,63800	53	8,32	8,49	8,78	8,59	9,01	5	8,637956
48	2	20	3	43	6,39800	59	7,61	3,84	7,02	7,26	6,26	5	6,397963
48	2	20	4	44	5,11000	62	5,46	4,94	3,36	5,75	6,04	5	5,109973

48	2	40	1	45	12,95250	34	.	13,19	12,86	12,60	13,16	4	12,949778
48	2	40	2	46	11,88000	40	12,90	12,44	12,02	.	10,16	4	11,878746
48	2	40	3	47	11,73000	41	12,08	11,69	11,42	.	11,73	4	11,729594
48	2	40	4	48	10,36000	46	10,00	10,68	10,40	10,14	10,58	5	10,361786
168	1	20	1	49	15,76250	17	15,87	16,11	15,55	.	15,52	4	15,761052
168	1	20	2	50	14,58400	23	15,40	13,04	15,09	14,72	14,67	5	14,583706
168	1	20	3	51	13,82250	27	.	14,32	14,16	13,83	12,98	4	13,822384
168	1	20	4	52	13,44750	31	13,75	14,17	.	13,43	12,44	4	13,444288
168	1	40	1	53	24,11400	2	25,63	29,09	20,71	23,25	21,89	5	24,114817
168	1	40	2	54	26,93600	1	24,43	28,49	27,23	21,98	32,55	5	26,936638
168	1	40	3	55	17,89500	8	.	17,96	17,72	18,37	17,53	4	17,894860
168	1	40	4	56	16,96500	13	17,67	16,75	16,47	16,97	.	4	16,968288
168	2	20	1	57	10,25600	47	10,59	10,28	9,81	10,62	9,98	5	10,254983
168	2	20	2	58	7,80400	55	2,90	9,42	8,89	8,72	9,09	5	7,804967
168	2	20	3	59	7,21600	56	6,82	7,50	7,60	6,51	7,65	5	7,218711
168	2	20	4	60	5,45600	61	6,08	5,12	4,55	5,78	5,75	5	5,454168
168	2	40	1	61	13,13000	33	13,16	13,38	13,04	12,82	13,25	5	13,133120
168	2	40	2	62	12,32750	36	12,54	12,46	12,31	12,00	.	4	12,326384
168	2	40	3	63	11,94000	39	12,39	11,90	11,60	11,53	12,28	5	11,940523
168	2	40	4	64	9,10600	50	9,58	8,95	9,34	9,06	8,60	5	9,106676
										suma		292	
					13,102258					promedio		4,56250000	13,102329
										prom. Armonico		4,50704225	

**Anexo 5: Médias de LUZ e TEMPO DE EXPOSIÇÃO A LUZ, em combinações, para cada combinação de PROFUNDIDADE e TEMPO DE OBSERVAÇÃO**

	TO	TEMPO DE OBSERVAÇÃO			(0, 24, 48, 168 HORAS)				
	LUZ	TIPO DE LUZ			(HALOGENA, LED)				
	EXL	TEMPO DE EXPOSIÇÃO			(20, 40 SEGUNDOS)				
	PRF	PROFUNDIDADE			(1, 2, 3, 4 mm)				
TO	LUZ	EXL	PRF	TRA	MCONV	MERITO	MEDIAS		
				(TRATAMENTO)		GERAL			
0	1	40	1	5	19,32400	7	19,323546	a	
0	1	20	1	1	15,07250	20	15,073094	b	
0	2	40	1	13	12,13800	37	12,136540	c	
0	2	20	1	9	8,94400	52	8,944786	d	
24	1	40	1	21	21,73000	5	21,729921	a	
24	1	20	1	17	15,19750	19	15,197743	b	
24	2	40	1	29	12,88250	35	12,883032	b	
24	2	20	1	25	9,75200	48	9,751617	c	
48	1	40	1	37	22,40800	4	22,407178	a	
48	1	20	1	33	15,72750	18	15,727325	b	
48	2	40	1	45	12,95250	34	12,949778	c	
48	2	20	1	41	9,01600	51	9,016302	d	
168	1	40	1	53	24,11400	2	24,114817	a	
168	1	20	1	49	15,76250	17	15,761052	b	
168	2	40	1	61	13,13000	33	13,133120	b	
168	2	20	1	57	10,25600	47	10,254983	c	
0	1	40	2	6	17,75250	9	17,749917	a	
0	1	20	2	2	14,20400	24	14,206804	b	
0	2	40	2	14	11,96000	38	11,957406	b	
0	2	20	2	10	7,01000	57	7,011633	c	
24	1	40	2	22	19,78250	6	19,781800	a	
24	1	20	2	18	14,67750	22	14,680272	b	
24	2	40	2	30	11,25200	42	11,251411	c	
24	2	20	2	26	8,31600	54	8,317126	d	
48	1	40	2	38	23,05250	3	23,053090	a	
48	1	20	2	34	14,74500	21	14,745656	b	
48	2	40	2	46	11,88000	40	11,878746	c	
48	2	20	2	42	8,63800	53	8,637956	d	
168	1	40	2	54	26,93600	1	26,936638	a	
168	1	20	2	50	14,58400	23	14,583706	b	

168	2	40	2	62	12,32750	36	12,326384		b		
168	2	20	2	58	7,80400	55	7,804967			c	
0	1	40	3	7	17,06000	12	17,059975	a			
0	1	20	3	3	13,72750	28	13,728151		b		
0	2	40	3	15	11,17000	43	11,169739		b	c	
0	2	20	3	11	4,88600	63	4,886308			c	
24	1	40	3	23	17,50000	11	17,501551	a			
24	1	20	3	19	13,83800	26	13,835299		b		
24	2	40	3	31	10,88000	44	10,881794			c	
24	2	20	3	27	6,39800	58	6,396689				d
48	1	40	3	39	17,70750	10	17,708000	a			
48	1	20	3	35	14,03250	25	14,034071		b		
48	2	40	3	47	11,73000	41	11,729594		b		
48	2	20	3	43	6,39800	59	6,397963			c	
168	1	40	3	55	17,89500	8	17,894860	a			
168	1	20	3	51	13,82250	27	13,822384		b		
168	2	40	3	63	11,94000	39	11,940523		b		
168	2	20	3	59	7,21600	56	7,218711			c	
0	1	40	4	8	15,92800	16	15,927865	a			
0	1	20	4	4	13,21750	32	13,216551		b		
0	2	40	4	16	9,70750	49	9,709558			c	
0	2	20	4	12	6,06000	60	6,059491				d
24	1	40	4	24	16,18000	14	16,178983	a			
24	1	20	4	20	13,47600	30	13,476889		b		
24	2	40	4	32	10,70000	45	10,699563			c	
24	2	20	4	28	3,77400	64	3,775364				d
48	1	40	4	40	15,96000	15	15,961164	a			
48	1	20	4	36	13,56750	29	13,564495	a			
48	2	40	4	48	10,36000	46	10,361786		b		
48	2	20	4	44	5,11000	62	5,109973			c	
168	1	40	4	56	16,96500	13	16,968288	a			
168	1	20	4	52	13,44750	31	13,444288		b		
168	2	40	4	64	9,10600	50	9,106676			c	
168	2	20	4	60	5,45600	61	5,454168				d

---

---

# 10. RESUMO

---

---

## Resumo

---

SARABIA QUIROZ, A. M. **Avaliação da conversão da resina composta polimerizada com luz halógena e LED com espectrometria do infravermelho.** 2004. 127 f.. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2004.

O presente estudo avaliou a conversão da polimerização de resinas compostas expostas à luz halógena e LED. Foram realizados corpos de prova e divididos em 64 grupos experimentais, onde variaram o tipo de luz (halógena e LED) utilizada, tempo de exposição à luz (20 e 40 segundos), profundidade do corpo de prova (1,2,3,e 4mm) e tempo de avaliação após a irradiação (0, 24,48 e 168 horas após a irradiação), cada grupo tinha cinco repetições. Os corpos de resina foram cortados e armazenados em ambiente seco e escuro. Foram confeccionadas pastilhas com 5mg de KBr e 50 $\mu$ g de pó de resina e os picos de absorbância foram registrados com o espectrômetro de infravermelho (FTIR). Os valores de conversão foram determinados na proporção das áreas obtidas com Microcal Origin 6.0 de C=O (pico em 1720) / C=C (pico em 1638). Os resultados da conversão foram analisados estatisticamente com os testes de ANOVA e Tukey. Obtendo-se, os seguintes resultados: A luz Halógena dá melhores resultados de polimerização que o LED, 40 segundos de exposição a luz dá melhores resultados de conversão, independente do tipo de luz, a menor profundidade o valor de conversão é melhor as 168 horas, que as observadas as 24 e 0 horas. Concluindo-se, que a conversão de polimerização das resinas compostas está influenciada pela fonte de luz, tempo de exposição à luz, profundidade do corpo de prova e tempo de avaliação.

**Palavras Chave:** polimerização, resinas compostas, Espectroscopia, Infravermelho transformada de Fourier.



---

---

# 11. ABSTRACT

---

---

## Abstract

---

SARABIA QUIROZ, A. M. **Degree of conversion of resin composite polymerized with halogen light and LED measured with FTIR spectroscopy.** 127 f.. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara, 2004.

The purpose of this study was to determine the polymerization conversion of the resin-composites exposed to halogen light and LED. Five specimens were made for each of the 64 groups, varying type of light (halogen and LED), time of exposure (40 and 20 seconds) deepness of the specimen (1, 2, 3 and 4mm) and time of the evaluation (0, 24, 48 and 168 hours after light irradiation). The specimens were stored in a dry and dark area and were pulverized into a fine powder with a mortar and a pestle. Fifty  $\mu\text{g}$  of powder were mixed with approximately 5mg of potassium bromide, and the absorbance peaks were recorded by FTIR. The value of conversion was determined from the ratio of areas obtained with Microcal Origin 6.0 of C=O (peak at 1720) /C=C (peak at 1638). The results were statistically analyzed with ANOVA and Tukey tests. The results observed were the following: i) halogen light gives better polymerization results than LED light, ii) 40 seconds to light exposure give s better results of conversion, iii) as less deepness , more is the conversion (with both types of light) , iv) With 168 hours of observation, the polymerization is better than with 0 or 24 hours of observation. Conclusion: polymerization conversion of the resin composites is influenced by the type of light, time of exposure to light, deepness of the specimen and time of observation.

**Key Words:** composite resins, polymerization, Spectroscopy, Fourier transform infrared.

