



UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA “JÚLIO DE
MESQUITA FILHO”
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA
DEPARTAMENTO DE ODONTOLOGIA RESTAURADORA
PÓS-GRADUAÇÃO EM CIÊNCIAS ODONTOLÓGICAS

**ESTUDO DA DUREZA E DO GRAU DE CONVERSÃO
DE RESINAS COMPOSTAS. EFEITO DE FONTE DE
LUZ E MATERIAL**

BENÍCIA CAROLINA IASKIEVISCZ RIBEIRO

**Araraquara
2010**

BENÍCIA CAROLINA IASKIEVISCZ RIBEIRO

**ESTUDO DA DUREZA E DO GRAU DE CONVERSÃO
DE RESINAS COMPOSTAS. EFEITO DE FONTE DE
LUZ E MATERIAL**

Tese apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas – Área de Dentística Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista, para o título de Doutor em Ciências Odontológicas.

Orientador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

ARARAQUARA

2010

Ribeiro, Benícia Carolina Iaskieviscz

Estudo da dureza e do grau de conversão de resinas compostas.
Efeito de fonte de luz e material / Benícia Carolina Iaskieviscz
Ribeiro.– Araraquara: [s.n.], 2010.

223 f. ; 30 cm.

Tese (Doutorado) – Universidade Estadual Paulista,
Faculdade de Odontologia

Orientador : Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

1. Resinas compostas 2. Nanotecnologia 3. Análise espectral
4. Dureza 5. Luz I. Título

COMISSÃO EXAMINADORA

TESE PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE DOUTOR

PRESIDENTE E ORIENTADOR: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

2º Examinador: Profa. Dra. Margareth Oda

3º Examinador: Prof. Dr. Anísio Lima da Silva

4º Examinador: Prof. Dr. Celso Luiz de Angellis Porto

5º Examinador: Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla

Araraquara, 23 de março de 2010.

DADOS CURRICULARES

DADOS CURRICULARES

Benícia Carolina Iaskieviscz Ribeiro

Filiação: Adão Eudócio Ribeiro de Oliveira
Maria Adelayde Iaskievitz de Oliveira

Local: Passo-Fundo-RS

Data: 14/3/1957

Estado civil: Solteira

CPF: 200.349.541-04

RG: 021.903 – SSP-MS

Título de Eleitor: 66643819 Zona 8 seção 01

Endereço Residencial:

Rua: Luiz Ceciliano Villares n 48, apto 101
Centro – Campo Grande, MS
CEP: 79004-280
Telefone: 67- 3382-4190
Celular: 67- 8111-9840

Endereços Profissional:

Faculdade de Odontologia Prof. Albino Coimbra Filho
Universidade Federal de Mato Grosso do Sul
Av. Senador Filinto Müller, s/nº - Bairro Vila Ipiranga –
Telefone – 67 (xx) 3345- 7682
Caixa Postal 549
CEP - 79080-190 - Campo Grande – MS
e-mail: becarol.odonto@uol.com.br

FORMAÇÃO ACADÊMICA/TITULAÇÃO

- 1975 -1978 - **Graduação: Odontologia**
Local: Campo Grande - Universidade Estadual de Mato Grosso
- 1983-1984 **Curso de Especialização em Endodontia**
Faculdade de Odontologia de Araçatuba -
Universidade Estadual de São Paulo – UNESP
- 1987-1989 **Curso de Aperfeiçoamento em Dentística Restauradora**
ACCD-MS
- 1989 – 1990 **Curso de Especialização em Dentística Restauradora**
Associação Paulista de Cirurgiões-Dentistas – Regional de Araraquara e Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP
- 1996-1999 **Curso de Pós Graduação em Odontologia**
Nível Mestrado
Área de Concentração: Dentística
Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo
São Paulo – USP
- 2005-2010 **Curso de Pós Graduação em Odontologia**
Nível Doutorado
Área de Concentração: Dentística Restauradora
Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

ATUAÇÃO PROFISSIONAL:

Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Vínculo institucional: Servidor público, enquadramento funcional: Professor Adjunto,
Regime 40h.

9/1993- Atual Professora de Dentística e Estágio Integrado da Faculdade de
Odontologia Prof. Albino Coimbra Filho Universidade Federal de
Mato Grosso do Sul .

DEDICATÓRIA

Dedicatória

Muitas pessoas me auxiliaram na concretização deste sonho, algumas de forma especial, e a estas eu dedico este trabalho.

Maria Adelayde, minha mãe, solidez das nossas vidas;

Adão Eudóximo, meu pai (*in memoriam*), o maior de todos os incentivadores para que as minhas aspirações se tornassem realidade.

Vós me ensinastes que os desafios fazem parte da vida, que a persistência é uma característica dos fortes, que os fracassos ensinam e permitem o exercício da humildade, mas que a dignidade, esta jamais, jamais deve ser esquecida.

Luiz Fernando, meu marido e porto seguro.

Luciana e Eduardo, meus amados sobrinhos, meu orgulho!

Impossível expressar meu amor e reconhecimento!

Deus

Nada acontece sem a Tua Permissão!

Sem a Tua presença e a Tua força nada seria possível.

Agradeço por ter-me permitido nascer, lutar e vencer!

Por ter-me dado forças e me carregado em Seus braços nos momentos difíceis, me amparado e consolado quando me encontrava atribulada; pela família em que nasci, pelo amor que me destes, e pelos amigos que possuo;

por ter consentido que eu conhecesse e vivenciasse a Odontologia, profissão que amo e respeito.

Se hoje me sinto plena e alcanço mais esta etapa, devo aos meus pais, que me deram a vida e transmitiram seus valores, à profissão que procuro exercer com amor, dedicação, respeito e ética e às amizades que colocastes em minha vida.

Obrigada Senhor

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Meu Pai,

Quantas vezes senti a tua falta, o teu conforto e o teu apoio, como da última vez em que estiveste conosco, em nossa última conversa...

A lembrança de ti, do teu incentivo constante, do teu caráter, da tua seriedade e retidão me fez acreditar que eu conseguiria superar todas as dificuldades nesta caminhada do aprendizado.

Precisou tu partires para eu melhor te conhecer.

Sei que deves estar num lugar lindo, contemplando a natureza que tanto amavas e, de lá, olhando por nós...

....e tenho certeza que vamos nos reencontrar!

Saudades!!!



Mãe,

Invencível em tua força.

Exemplo de fé, amor, dedicação, persistência, superação constante
e alegria de viver.

Impossível descrever tudo o que és para mim!

Meu maior tesouro, meu amparo, minha força!

Quanto rezaste por mim!

Incontáveis vezes desejei estar mais presente junto a ti, mas não
dispunha de tempo. Sempre me compreendeste e apoiaste. Nunca
me cobraste pelas ausências embora sentisses a minha falta.

És a mulher forte do Evangelho e meu amor maior!

Por ti, daria minha vida incondicionalmente.



Luiz Fernando,

O melhor amigo e companheiro de todos os momentos...
Sério, crítico, íntegro, leal e sempre pronto a me auxiliar e proteger.
Homem digno e honrado, incentivador constante do meu crescimento.
Soube entender as minhas ausências e sempre me incitou nas
adversidades.

O verdadeiro amor da minha vida!
Muito obrigada por fazer parte da minha vida e me amar como sou.
Que a nossa cumplicidade fortifique o nosso amor e nos dê forças
para superarmos todos os obstáculos!



Luciana e Eduardo,

O amor, o carinho e o apoio irrestrito que sempre me destes,
foi um alento em todos os momentos.

Impossível agradecer a confiança e a admiração que sempre
demonstrastes pelos meus sonhos e meu trabalho.

A maturidade com que conduzem suas vidas, a dedicação em tudo o
que se propõem realizar, a seriedade em todas as suas atitudes os
fazem especiais...

Saibam que eu vos amo muito.

Tenho muito orgulho de vocês!



Núbia e Juliano,

Embora distante, não vos esqueço.

Agradeço pelo carinho e amor que sempre me dedicastes.

Sois muito importantes na minha vida.



Meus sobrinhos

O respeito, o amor e a admiração que temos uns pelos outros nos
fazem uma família, embora não estejamos sempre juntos.

Sois os meus Filhos do Coração.



Maria Luiza,

Minha sobrinha-neta,
vieste com a missão de trazer mais
AMOR e ALEGRIA para nossas
vidas.


Que sejas abençoada por Deus!



José Ivar e Narciso Vidal

Meus irmãos,
obrigada pelo apoio e pela
admiração.

Que sejamos sempre unidos!



D. Dulce


Minha sogra.

A força, a sabedoria e a alegria te dão forças para seguir
tua caminhada.

És um exemplo para todos que te cercam.

Que Deus te conserve por muito tempo entre nós.

Agradeço pelo apoio e incentivo que me deste.



Irmã Godoliva (in memorian)

Acolheste-me, quando menina, num dos momentos mais conturbados da minha vida. Recebeste-me como filha e me deste carinho, amor e estudo. Com a tua benevolência, distribui amor a todos os que têm o privilégio de conhecer-te. Nunca me esquecerei de ti e de tudo que fizeste por mim. Minha ternura e reconhecimento!

Tia Isaltina e minhas primas Vilma e Neusa

Desde menina, o afeto e o apoio que sempre me destes muito me auxiliou a superar dificuldades e alcançar meus sonhos. Sou eternamente grata por tanto amor.

Ângela da Silva Teixeira,

Irmã que Deus colocou na minha vida.
Amiga que conhece todas as minhas fraquezas e também a minha força.
Obrigada por tudo!

Deus, em sua infinita bondade, me propiciou condições de conhecer o melhor do ser humano e me deu o que há de mais importante em minha vida:

minha família,

que sempre proporcionou a base necessária para que eu pudesse chegar até aqui.

Estejais certos de que, sem o vosso carinho e apoio, nenhum dos meus sonhos e conquistas seria possível!

Minha querida amiga
Dra. Marli Américo dos Reis,

Tua nobreza e elegância são exemplares, tua sapiência
é invejável, tua humildade e meiguice te fazem especial.

Teus conselhos me auxiliaram e teu carinho muito
me confortou.

Eu te admiro imensamente



Meire e Andressa

O carinho, o respeito, a lealdade, a certeza de que, na
minha ausência, tudo continuaria a acontecer de forma
correta.

Quantas vezes ouvistes meus desabafos...
Fostes os anjos que Deus pôs em minha vida e muito me
auxiliastes nesta caminhada.

Jamais as esquecerei.



**Prof. Dr. José Roberto
Cury Saad,**

Foste o primeiro a acreditar
em meu potencial,
permitindo que eu iniciasse
esta etapa como aluna
especial e me recebeste de
maneira ímpar.
Posteriormente me acolheste
como tua orientada, quando
o inesperado aconteceu com
a Prof^a. Dra. Maria Salete
Machado Candido.
Meu eterno reconhecimento,
professor,
pelo carinho, compreensão,
respeito e amizade que
demonstraste durante todo
esse período.
Mais que um Mestre, tu és
um ser humano
extraordinário, o que o torna
uma pessoa admirável.
Terás sempre minha
amizade e gratidão!

HOMENAGEM ESPECIAL

HOMENAGEM ESPECIAL

Profa. Dra. Maria Salete Machado Candido

Já não estás mais entre nós...

Durante o período em que convivemos, aprendi a te admirar pela seriedade e lisura com que conduziste teu ministério: a docência em Odontologia.

Foste uma das idealizadoras deste trabalho.

Obrigada por ter me orientado, pela disponibilidade e pelos conhecimentos transmitidos.

Que estejas feliz e em paz junto ao Senhor!



AGRADECIMENTOS

AGRADECIMENTOS

Universidade Federal de Mato Grosso do Sul:

Minha casa, minha escola, à qual muito devo.

Aqui iniciei meu caminhar na Odontologia, em 1975, quando ainda éramos um só estado: Mato Grosso.

Concluí a graduação sob a égide da Universidade Estadual de Mato Grosso, em 17 de dezembro de 1978, apesar de já ter acontecido a divisão do estado em Mato Grosso e Mato Grosso do Sul.

Como diria meu pai: o conhecimento adquirido nessa escola foi o “**divisor de águas**” da minha vida!

Muitos passos, cadenciados foram dados. Os mais relevantes proporcionados por pessoas que foram e serão eternamente especiais em minha vida.

O apoio, a amizade e a confiança depositados pelo **Prof. Ms. Mário José Xavier**, ao acreditar naquela menina que iniciava seus primeiros passos como cirurgiã-dentista. Só uma pessoa despreendida como o meu querido Mestre seria tão altruísta! Sou eternamente reconhecida a ti, professor; sempre estarás no meu coração.

O carinho, o incentivo constante, a apresentação à Odontologia sob um aspecto mais amplo, proporcionados pelo **Prof. José Ferreira de Menezes Filho**, grande amigo de todas as horas. Muito obrigada!

1983–1984: Especialização em Endodontia, em Araçatuba, SP.

Prof. Dr. Roberto Holland, o grande exemplo de conduta profissional que norteou minha vida.

1987-1988 - Aperfeiçoamento em Dentística Restauradora, quando tive a oportunidade de conhecer os **Professores de Araraquara**, especialmente o **Prof. Dr. Ueide Fernando Fontana** que influenciou a minha decisão profissional.

1989-1990 - Especialização em Dentística com a mesma equipe do aperfeiçoamento.

1992 - Um sonho começando a se delinear como realidade: ser docente na UFMS. Muito agradeço aos **Profs. Ms. Nilton de Oliveira Costa e Liel Trindade Vargas** pelo apoio e incentivo nessa hora, quando professora substituta de Dentística.

1993 - O concurso e ingresso como professora efetiva de Dentística e Estágio Integrado na Universidade Federal de Mato Grosso do Sul.

1996 - 1999: Mestrado interinstitucional UFMS/USP-SP.

Um momento especial em minha vida!

Meus sinceros agradecimentos ao inesquecível **Prof. Dr. Tito Ghermel** (*in memoriam*) que conquistou essa parceria, sua motivação maior no crepúsculo da sua vida. Sua aspiração me proporcionou essa experiência indescritível, quando, além do saber, auferi grandes amizades.

Toda conquista tem seu custo e pode gerar ambiguidades.

A admissão na academia, a necessidade de optar...

Por um tempo tive de vivenciar “A Escolha de Sofia”.

O amor pela clínica privada ou a docência?

Qual das atividades escolher?

Deus foi maior e me permitiu conciliar.

Hoje me sinto realizada quando as exerço, pois sei que uma complementa a outra, e ambas não tem sentido isoladamente.

SOU FELIZ ASSIM!

Ao ex-reitor da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul, **Prof. Manoel Catarino Paes Peró**, que, durante esse período do doutorado, externou seu apoio incondicional às minhas decisões.

À atual reitora da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul (UFMS), **Profa Dra. Célia Maria da Silva Oliveira**, pela disponibilidade que sempre demonstrou ao me atender.

À diretora da Faculdade de Odontologia Prof. Albino Coimbra Filho (FAODO) da mesma universidade, **Profa. Dra. Rosana Mara Giordano de Barros**, exemplo de ponderação, gestora impecável, docente ímpar, mulher exemplar em todos os aspectos, amiga que conhece meus passos desde a graduação. Muito obrigada por toda sua contribuição.

Ao meu querido amigo **Prof. Ms. Jeferson Adão de Almeida Mattos, (Jefinho)**, chefe do Departamento de Prótese e Odontologia Restauradora da mesma Universidade. Seu irrestrito apoio, sua compreensão e amizade foram fundamentais para eu superar as muitas dificuldades encontradas. Impossível externar minha gratidão por tudo que fez e faz por mim. **"Chefia"**, obrigada por tornar meus dias melhores, possibilitando assim a concretização deste sonho. Conte comigo sempre!

Aos **docentes da FAODO**, sobretudo os **Profs. Drs. Gerson Hiroshi Yoshinari**, meu colega de turma, e **Anísio Lima da Silva**, pela amizade e incentivo.

Minhas queridas amigas e colegas de docência, **Profa Dra. Nára Rejane dos Santos Pereira, Ms. Sonia Yara de Mello Francelino, Ms. Terezinha de Jesus Carvalho Ferreira e Ms. Fátima Heretier Corvalan**, amiga de infância e colega de turma. Amizades verdadeiras são raras e vocês são pérolas que devem ser guardadas com muito amor.

Aos meus **alunos** e, em especial, aos **monitores**, à turma **Odonto-UFMS 2011** e aos ex-alunos **Cármem Coldebella, Adriana Campos Navarro e Joel Brito Gonçalves**. Obrigada pela compreensão, solidariedade e estímulo. Que Deus os abençoe.

A **todos** os **funcionários da FAODO**, igualmente aos **terceirizados**, aos quais agradeço pelo imenso carinho e pela presteza com que sempre me atenderam.

Serei eternamente grata e reconhecida a todos.

À Universidade Estadual “**Júlio de Mesquita Filho**”- **UNESP**, nas pessoas de seu **Magnífico Reitor, Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald**, e vice-reitor, **Prof. Dr. Julio Cezar Durigan**, por me propiciar o doutoramento.

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP**, representada pelo **Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla** (Diretor), a quem devoto um carinho especial, e pela **Profa. Dra. Andréia Affonso Barreto Montandon** (Vice-Diretora).

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP, coordenado pela **Profa. Dra. Josimeri Hebling Costa**, e aos demais membros do Conselho do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas.

Ao Departamento de Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP, representado pelo **prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Junior** (Chefe de Departamento) e pelo **Prof. Dr. Idomeo Bonetti Filho** (Vice-Chefe de Departamento).

Aos professores da Disciplina de Dentística Restauradora, Profs. Drs. José Roberto Cury Saad, Sizenando de Toledo Porto Neto, Osmir Batista de Oliveira Júnior e Marcelo Ferrarezi de Andrade, pela amizade e pelos conhecimentos transmitidos.

Aos docentes (aposentados da UNESP) Profs. Drs. Welington Dinelli e Celso Luiz de Angelis Porto, pela confiança em mim depositada, e ao **Prof. Dr. Ueide Fernando Fontana**, pelos conhecimentos transmitidos, despertando assim uma nova visão da Dentística.

A todos os **docentes** da disciplina de **Materiais Dentários**, que me acolheram com muito carinho, respeito e atenção e, em especial, ao **Prof. Dr. Gelson Luis Adabo**, por gentilmente permitir a utilização do aparelho para o teste de microdureza, contribuindo, desta forma, para o desenvolvimento dos meus estudos.

Ao **Prof. Dr. Carlos Alberto de Souza Costa**, pesquisador incansável na busca pelo conhecimento, a minha admiração;

Ao **Prof. Dr. Alexandre Suzin**, da Universidade Federal de Santa Maria-RS. Nossa amizade teve início durante esse aprendizado e espero que perdure para sempre;

À **Prof^a. Dra. Rosane de Fátima Zanirato Lizarelli**, pelo respeito e estímulo que sempre recebi,

A **todos** os docentes vinculados aos Programas de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara-UNESP, o meu eterno reconhecimento.

Ao **Prof. Dr. Romeu Magnani**, pela realização das análises estatísticas e pelas sugestões apresentadas, pela paciência, amizade e pelo carinho com que sempre me recebeu, muito obrigada.

À **Prof. Dra. Alessandra Nára de Souza Rastelli**, pela oportunidade e pelo suporte que me deu, sugerindo, incentivando e auxiliando durante o desenvolvimento dos trabalhos realizados no Centro de Pesquisas em Óptica e Fotônica do Grupo de Óptica do Instituto de Física de São Carlos – IFSC – USP.

Muito obrigada pela disponibilidade, atenção e apoio durante esse período da minha vida.

Ao **Prof. Dr. Vanderley Salvador Bagnato**, pelo apoio tecnológico e científico, consentindo que parte dos meus estudos se realizasse no Centro de Pesquisas em Óptica e Fotônica do Grupo de Óptica do Instituto de Física de São Carlos – IFSC – USP.

Agradeço pela oportunidade de conviver num ambiente em que a pesquisa e a ciência são objetivos primordiais.

Dennis Pablo Jacomossi, sou-lhe muito grata por sua gentileza e presteza em me auxiliar durante os trabalhos desenvolvidos no Centro de Pesquisas em Óptica e Fotônica do Grupo de Óptica do Instituto de Física de São Carlos – IFSC – USP.

Aos amigos

Profs. Drs. André Afif Elossais, Elídio Rodrigues Neto, Martín Antúnez de Mayolo, Darlon Martins Lima, Adriano Augusto Melo de Mendonça e Gustavo Sivieri Araújo, pelo incentivo, apoio e receptividade que me deram, quando cheguei a Araraquara.

Juliana Maria Capellozza Boaventura (Juju)

Jovem amiga, companheira, incentivadora, cujo caráter irrepreensível e maturidade impressionam!

Esta caminhada sem a tua presença teria sido muito difícil, talvez impraticável!

Tua amizade, teu companheirismo e apoio e tua solidariedade foram fundamentais para que eu conseguisse ascender mais este degrau na escada do saber.

Impossível expressar com palavras todo o meu carinho e reconhecimento.

Só posso te dizer: **MUITO OBRIGADA!**

Conte comigo em qualquer circunstância.

Aos colegas de doutorado,

Renato e Ubiracy (Bira),

Grandes companheiros!

Que carinho, que amizade!

Irmãos a me protegerem o tempo todo.

A família que ganhei durante essa convivência.

Espero não perdê-los nos caminhos da vida.

Que a nossa amizade seja eterna!

Vocês moram no meu coração!

Desirré, Priscila e Simone

Pelo carinho que nos uniu durante o período do doutorado.

As conversas, os desabafos, as trocas de experiências com certeza fortaleceram nossa amizade.

Eu as quero muito bem.

Ao **Milko** e a todos os colegas que participaram ou participam do Programa de Pós-Graduação, em especial, **Adriana, Daniel, Esther e João Paulo**, o meu carinho.

À **Marta Almeida de Ponte (Martinha)**, do **Departamento de Materiais Dentários**, que me acolheu de forma carinhosa, sempre disposta a colaborar. Tua presença e apoio foram fundamentais nessa jornada. Muito tenho a te agradecer.

À **Maria Lúcia C. Montoro**, pela meticulosa formatação, criteriosa revisão gramatical e carinho dedicados a este trabalho, meus sinceros agradecimentos, cumprimentando-a pela sua merecida aposentadoria.

Aos funcionários do **Departamento de Dentística Restauradora**, **Creuza Maria Hortenci, Maria Aparecida Venancio dos Santos (Cida) Adriana Baroni Scarlize, Mario Sergio Fantini e José Antonio da Silva** pela amizade e atenção que sempre demonstraram. Meu reconhecimento e carinho.

Aos funcionários e professores do **Departamento de Materiais Odontológicos e Prótese da FOAr-UNESP**, pela amabilidade e atenção, sempre dispostos a me auxiliar, a minha consideração.

Aos funcionários da Biblioteca da FOAr., **Odete, Adriano, Marley**, pela disponibilidade e carinho com que sempre me receberam, em

especial a **Ceres Maria Carvalho Galvão de Freitas**, pela revisão e correção das normas aplicadas a este trabalho, e a **Maria Ines**, pela correção bibliográfica. A todos o meu apreço. À **Maria Helena M. Komasti Leves**, um especial abraço pelo mérito da sua recente aposentadoria.

O mesmo devo a **Mara Cândido M. do Amaral**, cuja dedicação é um exemplo. Estendo os agradecimentos aos seus colegas de secretaria, **Rosangela, José Alexandre e Flavia**, pela atenção e amabilidade com que sempre me atenderam.

A **todos aqueles que**, embora não estejam aqui citados, tenham contribuído direta ou indiretamente para a realização deste trabalho.

Os meus sinceros agradecimentos!

Que Deus os abençoe!

Mesmo que eu falasse a língua dos homens e dos
anjos

Se não tivesse amor seria como o bronze que soa
ou como címbalo que retine

Mesmo que eu tivesse o dom de profetizar
E conhecesse todos os mistérios e toda a ciência

Mesmo que eu tivesse tamanha fé a ponto de
remover montanhas

Se não tivesse amor nada seria

Mesmo que eu distribuísse todos os meus bens
em sustento dos pobres,

e ainda que eu entregasse
o meu corpo para ser queimado
se não tivesse amor nada valeria

Tudo passa, tudo,

Só o amor jamais acaba.

(Carta de S. Paulo aos Coríntios (Co.13:1-4))

SUMÁRIO

SUMÁRIO

	Pág
Resumo	
Abstract	
1.Introdução	44
2. Proposição	57
3. Capítulo 1	59
4.Capítulo 2	75
5. Capítulo 3	101
6.Considerações finais	122
Referências	134
Anexos	144
Anexo A	145
Anexo B	146
Anexo C	162
Anexo D	164
Anexo E	190
Anexo F	192
Anexo G	215
Anexo H	217
Anexo I	219
Anexo J	220

LISTA
DE ABREVIATURAS

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

FT-IR	Fourier Transform Infrared Spectroscopy = Espectroscopia por infravermelho de Fourier
KBr	Brometo de Potássio
SO	Semiorientada (ponta condutora de luz - de vidro – Dabi Atlante)
PCP	Ponta Comum Pintada (Ponta condutora de luz - de acrílico – Dabi Atlante)
ANOVA	Análise de variância
QTH	quartz-tungsten-halogen = Unidades de quartzo halógeno-tungstênio unidades de quartzo-halógeno-tungstênio (QTH)
Mm	Micrômetro
Nm	Nanômetro ou nanometro
Mm	Milímetro
Cm	Centímetro
MG	Miligrama
Kgf	Quilograma força
mW/cm²	Miliwatt por centímetro quadrado
KV	Quilovolt
V	Volt
°C	Grau expresso na escala Celsius
%	Por cento ou percentual
<i>In vitro</i> (latim)	Em laboratório

Bis-GMA	Bisfenol – A – glicidil metacrilato
Bis-EMA	Bisfenol – A – etilenoglicol metacrilato
TEGDMA	Trietileno - glicidil – dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
PM	Peso molecular
LCUs	Light-curing unit = unidades de luz polimerizadoras
LEDs	(Light emitting diode) Diodos Emissores de Luz
VHN	Vickers hardness numbers = HVN número de dureza Vickers
Kg	Quilograma
DC	Degree of conversion = GC = Grau de conversão
N	Número
I	Irradiancia ou densidade de potencia
P	Potencia
A	Área
Dp	Desvio Padrão
PM	Peso molecular
ISO	International Standardization Organizacion
IR	radiação infravermelho
λ	onda

RESUMO

Ribeiro BCl. Estudo da dureza e do grau de conversão de resinas compostas. Efeito de fonte de luz e material [Tese de Doutorado] Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

Resumo

A evolução dos materiais odontológicos, a interação de resinas compostas e aparelhos fotopolimerizadores motivaram a realização deste estudo. Foram selecionadas quatro resinas compostas fotopolimerizáveis indicadas para restaurações diretas, sendo três microhíbridas: Vit-I-escenceTM (Ultradent®), Amelogen® Plus (Ultradent®) e Opallis (FGM) e outra de nanopartículas: FiltekTM Z350 (3M ESPE Dental Products), todas indicadas para dentina e na cor A2. Construíram-se corpos-de-prova com dimensões de 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (ISO 4049), os quais foram polimerizados por diferentes aparelhos fotoativadores. Para o primeiro estudo, utilizou-se o Led Ultra Lume Led 2 (Ultradent®) e uma luz halógena (Ultralux - Dabi Atlante), esta com diferentes ponteiros condutoras de luz. Decorridas 24 horas, os corpos-de-prova foram submetidos ao ensaio de dureza utilizando-se um aparelho MMTT-3 Microhardness Tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA), com o qual foram realizadas quatro aferições na superfície do topo da amostra (dureza 1) e mais quatro na superfície de base (dureza 2) oposta à fonte de luz. Para o segundo estudo, novos corpos-de-prova foram confeccionados da mesma maneira, utilizando-se a luz halógena (Ultralux Dabi Atlante) com ponteira de vidro, um LED de terceira geração (Ultra Lume Led 5 Ultradent®) e dois leds de segunda geração: Raddi-Cal (SDI) e Elipar Free LightTM 2 da 3M ESPETM. Os corpos-de-prova foram submetidos ao mesmo teste, em dois tempos: imediato e após 24 horas. Para a terceira pesquisa, pela qual se avaliou o grau de conversão por FT-IR, empregando-se o espectrofotômetro Nexus FT- IR, confeccionou-se do mesmo modo outros corpos-de-prova e, decorridas 24 horas, estes foram triturados e misturados com KBr para a obtenção de pastilhas. Como parâmetro, confeccionou-se mais 20 pastilhas com resinas não curadas. Obtidos os dados, foram encaminhados para análise estatística. No primeiro estudo concluiu-se que: o dispositivo Led (de segunda geração) permitiu polimerização e consequentes valores de dureza equivalentes ao do aparelho halógeno para três

dos quatro compósitos avaliados; os compósitos apresentaram diferentes valores de dureza independente da fonte de luz e as menores diferenças entre topo e base aconteceram quando se utilizou a luz halógena com a ponta SO (semiorientada). Na segunda investigação, constatou-se que a dureza em ambas as superfícies analisadas, tomando por base as unidades fotopolimerizadoras, apresentou-se na seguinte sequência: Ultra Lume Led 5 > Ralii-Cal > Ultralux > Elipar Free Light™ 2 ($p < 0,05$); a média da dureza na superfície superior aumentou significativamente após 24 horas para todas as amostras, mas na superfície inferior houve um aumento apenas para Vit-I-escence™ e Filtek™ Z350. Em relação às resinas compostas, em ordem crescente, ficou assim estabelecido: Opallis < Amelogen® Plus < Vit-I-escence™ < Filtek™ Z350, independente do fator tempo. A resina de nanopartículas (Filtek™ Z350) apresentou maior dureza em ambas as superfícies, superior e inferior, enquanto a microhíbrida Opallis obteve os valores mais baixos, independentemente do tempo de aferição. Na terceira pesquisa, a análise de variância (ANOVA) mostrou um efeito significativo sobre a interação entre os LCUs e as resinas compostas ($p < 0,001$). O teste de Tukey mostrou que a resina de nanopartícula (Filtek™ Z350), quando fotoativada por lâmpada halógena (QTH), apresentou o menor grau de conversão comparada com as resinas microhíbridas. O grau de conversão da resina nanoparticulada (Filtek™ Z350) também foi menor usando LEDs. Os maiores graus de conversão foram obtidos usando o led de terceira geração.

Palavras-chave: Resinas compostas; nanotecnologia, análise espectral; dureza; luz.

ABSTRACT

Ribeiro BCI. Hardness and degree of conversion of composite resins. The effect of light source and material. [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

ABSTRACT

Our study was motivated by the evolution of dental materials, and the interaction between composite resin and light curing units. We selected four light-curing composite resins suitable for direct restorations, in shade A2, three microhybrid (Vit-I-escence™ - Ultradent®) (Amelogen® Plus - Ultradent®) (Opallis - FGM) and one nanoparticles (Filtek™ Z350 - 3M ESPE Dental Products), all indicated for dentin. All specimens were built with dimensions of 4mm diameter and 2mm deep, (ISO 4049) which were irradiated by different light-curing units. For the first study, we used the Led Ultra Lume Led 2 (Ultradent®), and a halogen light (Ultralux - Dabi Atlante) with the last having different conductive tips of light. At 24 hours, samples were tested in microhardness through the device MMTT-3 Microhardness Tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA) where 4 measurements were performed in the top surface (hardness 1) and 4 more in the base area (hardness 2), opposite to the source of light. For the second study, new specimens were prepared in the same way, using the Light Halogen (Ultralux Dabi Atlante) with a glass pipette, a third-generation led (Ultra Lume Led 5 Ultradent®) and two second-generation LEDs: Ralii-Cal (SDI) and Elipar Free Ligth™ 2 (3M ESPE™). The samples were subjected to the same test in two stages: immediate and after 24 hours. For the third study, which evaluated the degree of conversion by FT-IR, using the spectrophotometer Nexus FT-IR, samples were built in the same manner and after 24 hours they were powdered and mixed with KBr, to obtain tablets. As a parameter, 20 more tablets were prepared with uncured resin. Data were collected and subjected to statistical analysis. In the first study, it was concluded that the led device (second generation) allowed polymerization and the resulting hardness values were equivalent to the halogen unit for three of the four evaluated composites; the composites presented different values of microhardness, irrespective of source of light; the lower differences between top and bottom surfaces occurred when

using the halogen light with the SO tip (semi-targeted). In the second investigation, we found that the hardness on both surfaces analyzed by basing the curing units showed the following sequence: Ultra Lume Led 5> Radium-Cal> Ultralux> Elipar Free Light™ 2 (p <0.05). The average of hardness on the top surface increased significantly after 24 hours for all samples but underneath the surface only Vit-I-escence™ and Filtek™ Z350 decreased. The nanoparticulate resin (Filtek™ Z350) presented the higher hardness, meanwhile Opallis resulted in the lower values, regardless the time of measurement. In the third study, analysis of variance (ANOVA) showed a significant effect on the interaction between the LCUs and composites (P <0.001). The Tukey's test showed that the nanoparticle resin (Filtek™ Z350), when photopolymerized by halogen light (QTH), had the lowest degree of conversion compared to the microhybrid resins. The conversion degree of the nanoparticles resin was also lower using leds. The higher degrees of conversion were obtained using the third generation led.

Keywords: Composite resins; nanotechnology; spectrum analysis; hardness; light.

1. INTRODUÇÃO

Estudo da dureza e do grau de conversão de resinas
compostas.

Efeito de fonte de luz e material

A exigência pela estética, aliada às propriedades adesivas das resinas compostas, as tem colocado como material de eleição quando se deseja restaurar estruturas dentárias de forma direta, ao mesmo tempo em que possibilita maior preservação do remanescente dental. Todavia, essa adesão só foi concebida em 1955, por Buonocore¹⁰, com a introdução do condicionamento ácido do esmalte dental. Posteriormente, com o advento da camada híbrida⁴¹, houve um aprimoramento da capacidade adesiva ao se estabelecer uma união confiável também à dentina, proporcionando, dessa forma, maior capacidade de aderência dos materiais restauradores às estruturas dentárias.

Soma-se a essas melhorias a evolução concomitante das resinas compostas que foram elaboradas por Bowen, em 1962⁹. Inicialmente, esses compósitos tinham, em sua fase inorgânica, partículas de quartzo, que se caracterizavam pelo maior tamanho e dureza quando comparados aos compósitos atuais. Posteriormente, progressos tecnológicos proporcionaram modificações, como a introdução de sílica coloidal e diversos tipos de vidros³⁵. Partículas cada vez menores¹ permitem a incorporação de mais carga e maior preenchimento da matriz orgânica. Assim, as propriedades reológicas desse material foram alteradas pelo aumento da viscosidade⁵⁵. Entretanto, essas modificações

estruturais possibilitaram melhor polimento e maior lisura superficial das restaurações.

As propriedades físicas, mecânicas, biológicas e químicas das resinas compostas foram aprimoradas como demonstrado por vários estudos^{3,5,12,14-15,19,24,31-35,38-40,45-46,49,50,55,59,62,64-67,72-73}. Os compósitos disponíveis, possibilitam reconstruções altamente estéticas das estruturas dentárias, de maneira a se tornarem imperceptíveis. Inicialmente indicados para dentes anteriores, hoje, esses materiais são largamente empregados também na confecção de restaurações adesivas diretas posteriores. Todavia, com o decorrer do tempo, essas restaurações, inexoravelmente, tornam-se visíveis em função do desgaste, da perda de brilho e da diminuição das propriedades ópticas que ainda assolam os compósitos.

Assim, novos lançamentos da indústria odontológica pretendem suprir essas deficiências, entre eles os que utilizam tecnologias de ponta, como a engenharia molecular, na tentativa de produzir materiais com características mais próximas às estruturas dentárias. A nanotecnologia, também conhecida como nanotecnologia molecular, produz materiais e estruturas funcionais na faixa de 0,1 nm a 100 nm por meio de métodos físicos e químicos. O nanômetro corresponde à bilionésima parte do metro, sendo 1.000 nm o equivalente a 1 micrometro³⁸. Desse modo, a introdução de nanomateriais que, a exemplo dos compósitos tradicionais, possuem um ou mais materiais com

características diferentes, tem por objetivo aproveitar as melhores propriedades de cada um deles e visa aprimorar as resinas compostas já existentes. Nos nanocompósitos de diversas aplicabilidades industriais, a carga (silicatos, metais, nanotubos de carbono, etc, de dimensões nanométricas) funciona como reforço mecânico da matriz, que é 9/20, normalmente um polímero². Na Odontologia, a utilização da nanotecnologia tem contribuído para a formulação de novos materiais³⁸. Em 2003, Sumita et al⁶⁴ relataram o desenvolvimento de novos tipos de nanopartículas para produzir um compósito denominado nanocompósito (Sistema Universal Restaurador Dental Filtek Supreme). Suas propriedades mecânicas e físicas foram estudadas in vitro e comparadas a alguns compósitos já existentes nanoparticulados (Filtek Supreme Translucent e Filtek Supreme Standard), híbridos (Filtek Z250 e TPH Spectrum), microhíbridos (Esthet-X e Point4) e microparticulado (Filtek A110). Avaliaram-se as propriedades de força compressiva, tensões flexurais e diametrais, desgaste, resistência à fratura, retenção de polimento e morfologia de superfície após abrasão por escovação. Os autores⁶⁴ observaram que as forças diametrais e compressivas do nanocompósito, assim como a resistência à fratura, foram maiores ou equivalentes às de outros compósitos comerciais testados. Quanto ao desgaste, os resultados foram estatisticamente superiores, assim como o polimento foi melhor após longos períodos de escovação, em relação às outras resinas analisadas. No estudo conduzido por Pereira et al., em

2005⁴⁷, foi comparada a força de contração de polimerização de resinas compostas microhíbrida, nanoparticulada e ormocer, e não foram observadas diferenças estatisticamente significantes. Todos os compósitos apresentaram baixo valor de força de contração de polimerização, podendo ser indicados como material restaurador⁴⁷.

Pesquisadores⁶⁴ consideraram que os compósitos nanoparticulados oferecem vantagens em relação às propriedades ópticas, já que o tamanho das partículas de quartzo, do vidro fundido e da cerâmica (20 nm a 25 nm) que os compõem são transformados em cargas nanométricas muito abaixo do comprimento da luz, não podendo ser detectadas visualmente. De acordo com Mitra et al³⁷., quando a luz incide internamente nesses compósitos, um comprimento longo de onda passa diretamente através deles, e os materiais mostram alta translucidez. Ao serem colocadas contra um fundo escuro, as nanopartículas refletem preferencialmente luz azul, proporcionando um efeito opalescente^{38,64}.

Todavia, apesar das qualidades mencionadas anteriormente em relação às propriedades ópticas, ainda há um longo caminho a percorrer, visto que uma alta translucidez³⁸ pode ser inconveniente no momento restaurador, o que pode tornar a restauração mais translúcida que as estruturas dentárias. Ainda em relação ao quesito fluorescência, a resina composta produzida com nanotecnologia que fez parte deste estudo não contempla essa propriedade^{1, 57,65}. Seu fabricante¹ classifica a

propriedade óptica da fluorescência em 34º lugar de importância, posicionamento antagônico ao de vários autores^{5,31-34,39-40,55,65,72-73} que a consideram essencial quando se pretende dar similaridade às estruturas dentárias. Já os compósitos microhíbridos dominam essa tecnologia há mais de uma década⁷³, em sua maioria.

Concomitantemente ao progresso dos compósitos, houve também um grande avanço em relação às formas de polimerização. Inicialmente utilizava-se um sistema de ativação química, que foi sendo substituído pela ativação física a partir da década de 70. A cura dos materiais odontológicos por meio de luz teve início em 1973, quando Buonocore e Davilla¹¹ publicaram o primeiro artigo descrevendo o desenvolvimento de resinas compostas ativadas por luz ultravioleta. Assim, esses materiais passaram a ser fabricados em pasta única que veio a ser uma facilidade para o profissional. Entre outras vantagens advindas dessa tecnologia, suas propriedades físicas foram melhoradas e os compósitos passaram a apresentar também maior estabilidade de cor⁷⁵. Entretanto, a luz ultravioleta apresentava diversos inconvenientes, como emissão de radiação prejudicial à saúde⁸, profundidade de polimerização de apenas 1 mm¹⁴, além de limitada vida útil de suas lâmpadas¹⁵. As elencadas deficiências levaram ao surgimento dos dispositivos fotoativadores de luz visível baseados em luz halógena (QTH)⁷ e essa técnica se tornou altamente utilizada na Odontologia a partir dos anos 80. Todavia, essa tecnologia está caindo em desuso

também em função de suas inúmeras inconveniências, como emissão de radiação infravermelha com consequente aumento de temperatura, necessitando assim de filtros^{61,68}, o que requer um sistema de refrigeração que produz alto nível de ruído⁶⁸. O calor provoca a degradação do filamento de tungstênio e, por consequência, a vida útil da lâmpada é baixa, em torno de 50 horas de uso^{6,68}. Ademais, esse envelhecimento afeta seriamente a intensidade de polimerização de uma unidade, reduzindo sua efetividade de cura^{6,21}. Para lâmpadas halógenas de quartzo de tungstênio (QTH), mais de 70% da energia consumida é convertida para aquecer, e só 10% é luz visível. Dessa luz visível, mais de 90% é perdida devido ao uso de filtros²⁷.

Paulatinamente esses aparelhos halógenos vêm sendo substituídos pelos leds azuis (diodos emissores de luz), que transformam a energia elétrica diretamente em luz azul por eletroluminescência utilizando semicondutores, o que gera pouco aquecimento^{20,62}. Sua eficiência na conversão da energia elétrica para energia fotopolimerizável utilizada é 14% mais alta que com fontes de luz halógena⁶⁷, o que corresponde a 1%²⁷. Tradicionalmente, a largura espectral da luz led é menor que a da luz halógena²² pois ela se enquadra entre 450 nm e 490 nm dentro do espectro de luz visível, o que dispensa o uso de filtros^{62,68}. Desse modo, nem todos os compósitos encontram-se adaptados para a tecnologia de polimerização por leds⁶⁹⁻⁷⁰. Assim, os aparelhos fotoativadores fundamentados na tecnologia dos diodos emissores de luz

só polimerizam materiais odontológicos que tenham canforoquinona em sua composição⁶⁹, uma vez que seu pico de absorbância encontra-se em 468nm⁴⁵, ou outro fotoiniciador que possua o espectro de absorção contido nesse intervalo,^{12,68}. Todavia, houve preocupação de algumas indústrias odontológicas^{58,71} de produzirem dispositivos à base de leds, com diferentes comprimentos de onda, cujo objetivo principal é ampliar o número de fotoiniciadores que possam ser ativados por esses aparelhos⁵⁸. Assim, já se encontra disponível mais uma geração de leds^{46,58}. com um espectro de abrangência maior, indicados para polimerização dos materiais resinosos para uso odontológico em geral. Nesta investigação foram utilizados dois dispositivos que apresentam essas características. No primeiro capítulo, foi usado um Led (Ultra Lume Led 2) de segunda geração que apresenta uma faixa espectral mais extensa, de 410 nm a 490 nm e, nos segundo e terceiro capítulos, utilizou-se um dispositivo baseado nessa tecnologia, (Ultra Lume Led 5) o qual apresenta 5 leds, dos quais um abrange o espectro ultravioleta. Sabe-se que as indústrias estão investindo na formulação de novos e promissores dispositivos dessa categoria, e hoje existem equipamentos com diferentes modos de polimerização. Inclusive, um aparelho à base de leds foi apresentado à California Dental Association (CDA), USA, em maio de 2008⁷¹, e já se encontra disponível comercialmente em diversos países, prometendo ter um comportamento semelhante ao dos diodos emissores de luz de terceira geração. Como diferencial, apresenta um

modo de polimerização semelhante ao da tecnologia arco de plasma em se tratando de rapidez e intensidade⁷¹.

Assim, a seleção da unidade polimerizadora, embora nem sempre seja considerada uma etapa relevante, muito influencia na condução de trabalhos clínicos com resinas compostas e outros materiais resinosos que necessitem da luz para curar. Alguns autores⁴³ ressaltaram a importância de uma polimerização adequada para a obtenção de boas restaurações. Vários fatores, como a saída espectral da fonte luminosa, a modalidade de polimerização⁵², a matiz e a composição das resinas compostas⁴, os elementos químicos de suas partículas inorgânicas, sua morfologia e o tratamento superficial³⁵, interferem na transmissão da luz nos compósitos, atenuando sua passagem. Uma cura deficiente compromete as propriedades físicas, diminuindo a retenção da restauração, aumentando sua solubilidade e as respostas pulpares adversas¹⁸, diminuindo a biocompatibilidade, proporcionando maior desgaste²³ e comprometendo, em última instância, o desempenho dos trabalhos realizados^{18,28}.

Avaliações das propriedades físicas, químicas e mecânicas das resinas compostas como testes de microdureza, conteúdo de monômero residual em resinas curadas, biocompatibilidade, descoloração, degradação e outros quesitos variam de acordo com o aparelho e a resina composta selecionada. Contudo, sabe-se que a soma total de exposição, o produto da intensidade luminosa e o tempo de irradiação devem ser

considerados para sistemas de fotoativação e que materiais resinosos deveriam ser bem polimerizados para a obtenção de boas restaurações⁴³.

Uma das formas de averiguar a eficácia da polimerização é por meio de testes de dureza superficial, que é definida como uma resistência à indentação ou penetração permanente na superfície¹⁶. Esse método é considerado também uma forma indireta de avaliação do grau de conversão das resinas compostas^{21,25}, da resistência do material ao desgaste na cavidade bucal, da abrasão⁵⁶ e também dos dispositivos fotopolimerizadores. Existem diversos testes que basicamente diferem entre si quanto ao material que produz a indentação, à geometria e à carga utilizada. A escolha de qual utilizar depende do material a ser estudado, da faixa de dureza esperada e da localização desejada¹⁶. Os mais usados são dureza Vickers e Knoop. No teste de microdureza Vickers – HVN, o indentador (penetrador) é uma pirâmide de diamante, de base quadrada, com um ângulo de 136° entre as faces opostas²⁹. As penetrações resultantes são pequenas e limitadas a uma profundidade menor que 19 μm ³. É usado com carga menor que 1 Kgf, que produz uma impressão microscópica em forma de losango retangular com base quadrada. É um ensaio de grande precisão e, por resultar em marcações de mínimas dimensões, não inutiliza a peça em estudo¹². Utiliza-se na mensuração de áreas pequenas de objetos muito finos³ e de materiais bem duros, sendo empregado para testar a dureza de materiais restauradores²⁹.

Outro meio de se investigar a eficácia da polimerização é pelo estudo do grau de conversão^{13,19,36,44-45,60,63,66,74}. Este avalia a extensão da transformação da ligação dupla em simples (monômero em polímero)¹⁹, ou seja, a formação de ligações cruzadas, e é determinado pela razão entre o número de ligações insaturadas que não reagiram e o número total destas que existiam antes da polimerização⁵⁵. A matriz polimérica é o principal componente das resinas compostas fotoativadas. Esta, é composta de repetidas unidades menores, os monômeros, que após a fotoativação se transformam em extensa molécula denominada polímero. Os monômeros usados na odontologia em geral são líquidos e durante a polimerização se convertem em sólidos⁴⁸. Durante esse processo as resinas baseadas em metacrilato que é um líquido viscoso, gradualmente transformam-se em um material rígido pela polimerização do radical envolvendo as duplas ligações C=C do grupo metacrilato. Essa reação envolve uma contração de volume que tem três origens: química (a mais importante), térmica e uma pós-tardia¹⁹. Atribui-se o declínio do volume à substituição das ligações de Van der Waals por ligações covalentes⁶⁶. Antes da reação de polimerização, os monômeros distam uns dos outros em torno de 0,3 μm a 0,4 μm ⁴⁹. Durante a polimerização, ocorre uma aproximação molecular para formar cadeias mais extensas, e essas distâncias diminuem para 0,15 μm ⁴⁹. Assim, as distâncias moleculares e volumétricas diminuem na ordem de 1,5% a 5%, tendo como consequência a produção de estresse interno⁵⁷. Autores⁶⁶

constataram, também, a ocorrência de uma menor alteração de volume após 24 horas da polimerização, não obstante o passo químico do processo existente já ter sido interrompido (vitrificação). Essa pós-contracção, comprovou-se, é rápida durante as duas primeiras horas e, decorrido esse tempo, a velocidade do processo diminui⁶⁶. O tamanho da partícula de carga e o índice de refração, a densidade dos materiais restauradores, a natureza da matriz do polímero e a exposição à radiação, geradas pelo modo de polimerização, podem influenciar o grau de conversão (GC)^{30,59}. Assim, as manobras clínicas que resultam em aumento da taxa de conversão de ligações duplas entre carbonos para ligações simples podem, potencialmente, determinar um aumento nos valores de dureza do material⁵⁵. Daí a justificativa de se estudar e comparar unidades fotopolimerizadoras à base de leds, aferindo dureza das resinas compostas por eles polimerizadas e correlacionando os resultados obtidos com o grau de conversão dessas resinas, tendo como parâmetro as tradicionais lâmpadas halógenas.

Por se tratarem de estudos in vitro, buscou-se diminuir as presumíveis variáveis. Não apenas o tempo de 40 segundos^{6,47-48} mas a distância da fonte de luz aos corpos-de-prova, assim como a tonalidade da cor A2^{4,12,42,50} foram constantes durante a polimerização dos compósitos sob quaisquer fontes de luz para as três pesquisas realizadas. As amostras foram armazenados em temperatura ambiente, a seco, em recipientes escuros, impedindo assim a interferência da luz ambiental⁴⁵,

pois é possível que aconteça uma polimerização pós-irradiação até aproximadamente 24 horas após⁵¹.

Desse modo, mais uma vez fica demonstrado que a Odontologia atual baseia-se em estudos, o que permite antever por meio de ensaios mecânicos muito da aplicabilidade clínica que os materiais e aparelhos produzidos pela vasta indústria odontológica devem possuir para realmente atingir o desempenho clínico almejado. Assim, embora as investigações experimentais *in vitro* não traduzam uma realidade clínica, podem se tornar ótimos subsídios para posteriores estudos clínicos, principalmente no que diz respeito aos materiais adesivos estéticos, tão solicitados pelos pacientes nos dias atuais. Portanto, atributos imprescindíveis, como efetiva capacidade de polimerização e longevidade das restaurações, devem ser constatados por experimentos que comprovem ou não as informações fornecidas pelos fabricantes, validando ou não o uso de materiais em pacientes.

Diante dessas preocupações é que se realizou este trabalho, buscando elucidar o comportamento de resinas compostas, quando polimerizadas por diferentes fontes de luz, nos quesitos dureza superficial e grau de conversão.

2. PROPOSIÇÃO

**Estudo da dureza e do grau de conversão de resinas
compostas.**

Efeito de fonte de luz e material

Objetivo Geral

Analisar o comportamento da propriedade de dureza e o grau de conversão de resinas compostas, sob a ação de diferentes fontes fotopolimerizadoras.

Objetivos Específicos

Esta tese foi dividida em três artigos científicos, com a finalidade de verificar as seguintes hipóteses:

- 1) Se resinas compostas microhíbridas e de tecnologia nano teriam diferentes durezas quando polimerizadas por luz halógena com distintas ponteiros condutoras de luz e um led de segunda geração.
- 2) Se a dureza de resinas compostas microhíbridas e nanoparticulada sofre interferência de diferentes fontes de luz fotopolimerizadoras, se haveria diferenças significantes imediatamente após e decorridas 24 horas da polimerização e se as dimensões de suas ponteiros iriam influenciar no resultado final.
- 3) Se haveria diferenças no grau de conversão de resinas compostas microhíbridas e nanoparticuladas quando polimerizadas por diferentes fontes de luz.

EFEITO DE FONTES DE LUZ NA MICRODUREZA DE RESINAS COMPOSTAS

Short title: MICRODUREZA DE RESINAS COMPOSTAS

Effect of the lights sources on microhardness of composite resins

Short title: Microhardness of composite resins

Benícia Carolina Iaskievicz RIBEIRO¹

Juliana Maria Capelozza BOAVENTURA¹

Ubiracy GAIÃO¹

José Roberto Cury SAAD²

Maria Salete Machado CANDIDO²

¹ Doutorandos em Dentística Restauradora pela Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Faculdade de Odontologia. Araraquara, SP, Brasil.

Rua Humaitá, 1680 – Centro Caixa Postal : 14.801-903 PABX: (16) 3301- 6393

² Professores Doutores em Dentística Restauradora da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”, Faculdade de Odontologia. Araraquara, SP, Brasil.

Rua Humaitá, 1680 – Centro Caixa Postal : 14.801-903 PABX: (16):33016393

Benícia Carolina Iaskievicz Ribeiro: becarol.odonto@uol.com.br

Juliana Maria Capelozza Boaventura: juboav@yahoo.com.br

Ubiracy Gaião: ubiracy@gaiao.odo.br

José Roberto Cury Saad: jrsaad@foar.unesp.br

Maria Salete Machado Candido

RESUMO

Objetivo: Avaliar a microdureza superficial de resinas compostas polimerizadas por diferentes fontes de luz.

Método: Foram selecionadas três resinas compostas microhíbridas (Vit-I-escence™, Amelogen® Plus, Opallis) e uma nanoparticulada (Filtek™ Z350) submetidas à polimerização utilizando-se um aparelho halógeno (ULTRALUX) com duas ponteiros, uma de vidro semiorientada e outra de acrílico pintada, e também um dispositivo à base de LED (Ultra Lume Led 2). Os corpos-de-prova obtidos a partir de uma matriz circular de alumínio, após receberem a resina composta, foram fotopolimerizados por 40 segundos e, em seguida, armazenados a seco por 24 horas. Decorrido esse período, procedeu-se ao ensaio de microdureza superficial Vickers, realizando-se quatro aferições na superfície de topo (dureza 1) e na

superfície de base (dureza 2). Utilizou-se a análise de variância, que foi complementada pelo teste de Newman-Keuls de comparações múltiplas de médias, ao nível de significância de 5%.

Resultados: No topo, as menores médias de dureza foram obtidas com a resina Opallis submetida ao UltraLume Led 2. As médias maiores referem-se ao compósito Vit-l-escenceTM polimerizado com o UltraLume Led 2 e luz halógena Ultralux PCP, seguidas pelas da resina FiltekTM Z350 submetida ao UltraLume Led 2. Quanto à base, a menor média de dureza também foi da resina composta Opallis sob ação do UltraLume Led 2, e a maior, da Vit-l-escenceTM, seguida pela da Amelogen[®] Plus quando polimerizada pela luz Ultralux com a ponta SO.

Conclusão: O aparelho led permitiu polimerização e consequentes valores de microdureza equivalentes aos dos aparelhos halógenos convencionais para três dos quatro compósitos avaliados.

Termos de indexação: Resinas compostas, microdureza, luz.

ABSTRACT

Objective: To evaluate the superficial microhardness of compound resins photocured by different light sources.

Methods: Three microhybrid (Vit-l-escenceTM, Amelogen[®] Plus, Opallis) and a nanoparticulated (FiltekTM Z350) compound resins. Resin were polymerized by an halogen source (ULTRALUX) compound of two tips, one semi-guided made of glass and other painted made of acrylic and also a LED based source (Ultra Lume Led 2). Specimens constructed from an aluminium circular matrix, after the receiving of the compound resin, were photopolymerized for 40s and then stored dry for 24h. After this period, Vickers superficial microhardness assay was performed, conducting 4 measures at the top (hardness 1) and at the base (hardness 2) surface. Variance analyses were complemented by multiple comparison Newman-Keuls test of means at a significance level of 5%.

Results: At the top, the lower hardness mean were observed with Opallis resin subjected to Ultra Lume Led 2. The higher mean was referred to the Vit-l-escenceTM compound cured by Led Ultra Lume Led 2 and by Ultralux PCP halogen light, followed by FiltekTM Z350 resin subjected to Ultra Lume Led 2. In reference to the base, the lowest hardness mean was also obtained by Opallis resin photocured by Ultra Lume Led 2 and the highest value was reached by Vit-l-escenceTM resin, followed by Amelogen[®] Plus, when it was cured by Ultralux using the SO tip.

Conclusion: Led source allowed polymerization and, following values of microhardness equivalent to those obtained by conventional halogen source, for three of the four evaluation composites.

Indexing terms: composite resins, microhardness, light.

INTRODUÇÃO

Com o advento da tecnologia com luz halógena, a fotopolimerização tornou-se altamente utilizada na Odontologia. Os aparelhos halógenos geram luz por meio de filamentos incandescentes e são considerados de amplo espectro por emitirem luz azul na faixa de 400 nm-500 nm, o que lhes confere capacidade de ativar outros tipos de fotoiniciadores além da canforoquinona¹. Apesar de seu uso frequente, as unidades fotopolimerizadoras baseadas nessa tecnologia apresentam vários inconvenientes, pois, embora as lâmpadas halógenas tenham grande potência de saída², envelhecem e danificam por diferentes razões, afetando seriamente a intensidade de polimerização luminosa³, e, desta forma, obtém-se como resultado deteriorações mecânicas e físicas que comprometem diretamente a vida útil e a qualidade de uma restauração⁴. Outra fonte de luz é a produzida pela tecnologia de diodos emissores de luz (do inglês Light Emission Diodes - LEDs) que utilizam a junção de semicondutores absorvedores (junções p-n) à base de nitreto de gálio para produzir a luz azul. A emissão espectral do led azul se enquadra entre 450 nm e 490 nm, com um grau de pureza que permite a sua utilização sem a necessidade de filtros ópticos seletivos⁴. Essa característica torna o led efetivo para a polimerização de materiais com fotoiniciadores de canforoquinona. Os aparelhos à base de leds possuem uma longa durabilidade e não emitem calor significativo, são silenciosos, necessitam de baixa voltagem e podem ser operados por baterias².

Atualmente, os leds oferecem uma alternativa vantajosa em relação às lâmpadas halógenas, já que não provocam aquecimento, são de baixo custo; consomem pouca energia, porém com uma taxa de conversão 40 vezes mais eficiente do que a dos aparelhos halógenos, e sua vida útil é estimada em 10.000 a 100.000 horas⁴. As resinas compostas, embora extensamente estudadas, ainda devem ter suas propriedades físicas, mecânicas e químicas investigadas. Portanto, a interação das resinas compostas com diferentes fontes de luz ainda deve ser motivo de averiguações científicas. Entre os estudos que podem ser realizados, o da propriedade de dureza é muito importante para comparação entre materiais restauradores por estar numa relação direta com diversas outras propriedades⁵ e ser também uma forma de avaliar a capacidade de os aparelhos fotopolimerizadores converterem monômeros em polímeros⁶.

O objetivo deste trabalho foi avaliar a microdureza superficial de resinas compostas polimerizadas por meio de diferentes fontes de luz.

MÉTODO

Foram selecionadas quatro resinas compostas fotopolimerizáveis indicadas para restaurações diretas, sendo três microhíbridas – Vit-I-escence™ (Ultradent®), Amelogen® Plus (Ultradent®), Opallis (FGM Produtos Odontológicos) – e outra de nanopartículas – Filtek™ Z350 (3M ESPE™ Dental Products) –, todas na matiz A2^{7,8,9} de acordo com a Escala Vita™. No Quadro 1, podem ser verificadas as principais características das resinas compostas.

Quadro 1 - Composição e classificação das resinas utilizadas no estudo.

Resina	Composição	Classificação
Vit-I-escence™ (Ultradent®, South Jordan UTAH USA)	Bis-GMA, Vidro de Estrôncio, Boro, Alumina, Silicato com partículas de silício de 0,4 a 0,7 µm 58% do volume e 75% do peso	Microhíbrida
Amelogen® Plus Ultradent®, South Jordan UTAH USA)	Bis-GMA, Vidro de boro, alumínio, silicato de bário 0,4 a 0,7 µm 61% do volume e 76% do peso	Microhíbrida
Opallis (FGM SC Brasil)	Bis-GMA, BisEMA, TEGDMA, Vidro de Bário-alumínio silicato silanizado, pigmentos e sílicas, partículas na faixa de 40 nm a 3,0µm volume 57 a 58% e peso de 78,5 a79%	Microhíbrida
Filtek™ Z350 (3M ESPE™ Dental Products, St. Paul, MN, USA)	Matriz de Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA, sílica primária (não aglomerada com tamanho médio de 20 nm e aglomerados de zircônia e sílica com partículas variando entre 5 e 20 nm, formando aglomerados de 0,6 a 1,4 µm 78,5% do peso e 84,5% do volume	Nanoparticulada

As resinas foram submetidas à polimerização por diferentes aparelhos fotoativadores, luz halógena (Ultralux - Dabi Atlante – Ribeirão Preto- SP) e um dispositivo à base de leds (Ultra Lume Led 2 - Ultradent® South Jordan UTAH USA).

Fonte de luz halógena

O aparelho Ultralux (Dabi Atlante – Ribeirão Preto-SP) apresenta lâmpada halógena, com 75 W, frequência de 50/60 Hz, intensidade de luz de 350 mW/cm² a 500 mW/cm² e comprimento de onda de 400 nm a 500 nm. Foram utilizadas duas

ponteiras com a finalidade de observar se influenciariam na polimerização dos corpos-de-prova, ambas com diâmetro de 8 mm, sendo uma de vidro denominada semiorientada (SO) e outra ponta comum de acrílico pintada (PCP). Todas as fontes de luz usadas neste estudo tiveram sua irradiância aferida, antes da confecção dos corpos-de-prova, por um medidor de Potência ou *Powermeter Fieldsmaster*, fabricado por Coherent, modelo FM, série 11M96. Para tanto foi usada a fórmula: $I = P/A$, onde I = Irradiância ou densidade de potência, P = Potência e A = Área, sendo a potência determinada por mW e a área por cm^2 . A ponta SO apresentou uma intensidade de 426 mW/cm^2 e a PCP de 310 mW/cm^2 .

Fonte de luz à base de LEDs

O aparelho Ultra Lume Led 2 (Ultradent® South Jordan UTAH USA) pertence à segunda geração de leds, possui ponta ativa oval com dimensões de 10 mm x 13 mm, dois Leds, com espectro de ação entre 410 nm e 490 nm, e sua irradiância mensurada apresentou 346 mW/cm^2 .

Todas as fontes de luz utilizadas neste estudo tiveram seus espectros de luz aferidos com um espectrofotômetro fabricado por Ocean Optics, modelo USB 2.000 conectado a um computador com Software OBASE 32. Os gráficos dos espectros podem ser visualizados na Figura 1.

Confecção dos corpos- de- prova para medida de dureza

Os corpos-de-prova foram obtidos a partir de uma matriz circular de alumínio com diâmetro externo de 2,5 cm, apresentando uma perfuração central de 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (ISO 4049). Sobre uma placa de vidro, foi depositada uma tira de poliéster e, sobre esta, disposta a matriz de alumínio onde foi inserida a resina composta na matiz A2^{7,8,9,10}. Para tal, foi utilizado apenas um incremento^{11,12} com o auxílio da espátula CIGFTMIN 3 (Oraltech, SP, Brasil). Em seguida, outra tira de poliéster foi posicionada sobre o compósito^{3,6} e, sobre este, colocou-se uma lamínula de vidro, sob ligeira pressão, para se obter lisura superficial do corpo-de-prova^{7,12,8}, tanto na superfície que foi denominada topo como na base. Na sequência, a lamínula de vidro foi removida, deixando-se a tira de poliéster no local⁸. Observou-se o tempo de polimerização de 40 segundos^{3,6} para ambos os aparelhos, independente da indicação dos fabricantes dos mesmos e das resinas compostas, a uma distância de 2 mm da superfície.

Após a fotoativação de cada corpo-de-prova, procedeu-se ao ensaio de microdureza superficial com o auxílio do aparelho MMTT-3 Microhardness Tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA), sob carga de 50 gramas por um tempo de 30 segundos^{6,12,13,14}.

Para todos os grupos estudados, foram realizadas medidas de dureza na superfície do topo da amostra (dureza 1) e na superfície de base (dureza 2) oposta à fonte de luz. Cada corpo-de-prova foi dividido em quadrantes, recebendo uma indentação por quadrante.

Os resultados obtidos das medidas de dureza foram inicialmente determinados em micrometros e, em seguida, transformados em valores de dureza Vickers (VHN) diretamente pelo referido aparelho. Foram calculadas as médias de dureza para cada superfície analisada, sendo a dureza 1 referente à leitura realizada na superfície que esteve diretamente exposta à fonte de luz e a dureza 2 concernente à superfície oposta.

Metodologia estatística

Para avaliação da dureza Vickers de resinas compostas microhíbridas e nanoparticuladas submetidas a fontes fotopolimerizadoras à base de luz halógena e leds, foi utilizada a análise de variância, considerando as medidas nas superfícies de topo e de base dos corpos-de-prova das resinas. Essa análise foi complementada pelo teste de Newman-Keuls de comparações múltiplas de médias, ambos ao nível de significância de 5%.

RESULTADO

Na Tabela 1 são dadas as médias e os desvios padrão de dureza Vickers obtidos nas superfícies de topo e de base de amostras das resinas compostas Opallis, FiltekTM Z350, Amelogen[®] Plus e Vit-l-escenceTM submetidas a fontes fotopolimerizadoras à base de luz halógena (Ultralux PCP e Ultralux SO) e led (Ultra Lume Led 2).

Uma análise de variância conjunta, de medidas repetidas nas superfícies de topo e de base, indicou que todas as interações entre os três fatores (fonte de luz, resina e superfície de medição) foram significativas ($p < 0,006$). Complementando essa análise, foram realizadas comparações entre cada média de dureza Vickers do topo e a média correspondente na base pelo teste de Newman-Keuls. O resultado se encontra na Tabela

1, em que pares de médias (topo e base) de uma mesma fonte de luz e resina com asterisco são significativamente diferentes no nível de 5%. Observa-se então que todas as resinas submetidas ao Ultralux SO, a resina Amelogen[®] Plus sob a ação do dispositivo Ultra Lume Led 2 e as resinas Opallis e Amelogen[®] Plus polimerizadas com luz Ultralux PCP, não apresentaram alteração significativa entre topo e base. As outras mostraram, em média, a dureza no topo significativamente maior do que na base.

Devido à complexidade da análise de variância conjunta, empregaram-se duas análises de variância para avaliar os efeitos de fonte de luz e resina, respectivamente, na superfície de topo e na de base. Observou-se, também, evidência de interação significativa nos dois casos ($p \leq 0,001$), e o teste de Newman-Keuls foi aplicado para comparações múltiplas de médias duas a duas. O resultado dessas comparações está resumido na Tabela 1, em que médias com letras iguais relativamente à superfície de topo ou em relação à superfície de base não são significativamente diferentes pelo teste de Newman-Keuls no nível de 5%.

Observa-se que, no topo, as médias menores de dureza são da resina Opallis, principalmente quando submetida ao Ultra Lume Led 2. Por outro lado, as médias maiores são do compósito Vit-I-escence[™] polimerizado com Ultra Lume Led 2 e Ultralux PCP, seguidas da Filtek[™] Z350 sob ação do Ultra Lume Led 2.

Quanto à base, a menor média foi da resina composta Opallis submetida ao led Ultra Lume Led 2, e a maior da Vit-I-escence[™], seguida pela Amelogen[®] Plus, poolimerizada pela Ultralux SO. Todas as outras médias mostraram valores intermediários, tendo somente a Filtek[™] Z350 com Ultra Lume Led 2 e a Vit-I-escence[™] sob ação do Ultralux PCP apresentado valores significativamente menores do que a maior média.

Neste estudo, todas as resinas polimerizadas com Ultralux SO não apresentaram diferenças significantes entre topo e base, com exceção da Opallis, com a qual a microdureza da base inexplicavelmente foi superior à do topo.

Na Figura 2 é dada a representação gráfica das médias amostrais de dureza, juntamente com representações de intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais, que permitem, de certa forma, quantificar as evidências de diferenças entre médias apontadas pelo teste de Newman-Keuls.

Tabela 1 - Médias e desvios padrão (Dp) de microdureza Vickers.

Luz	Resina	Topo		Base	
		Média	Dp	Média	Dp
Ultra Lume Led 2	Opallis	27,6	4,9 ^{a*}	16,8	2,9 ^{a*}
	Filtek TM Z350	49,4	7,0 ^{e*}	40,4	4,5 ^{bcd*}
	Amelogen [®] Plus	40,8	4,5 ^{cd}	35,5	8,7 ^{bcd}
	Vit-l-escence TM	51,1	3,9 ^{e*}	41,3	2,2 ^{cd*}
Ultralux SO	Opallis	35,3	3,5 ^{bc}	39,9	3,9 ^{bcd}
	Filtek TM Z350	39,8	6,4 ^{cd}	38,2	4,9 ^{bcd}
	Amelogen [®] Plus	44,5	2,2 ^{de}	41,4	4,6 ^{cd}
	Vit-l-escence TM	46,5	5,5 ^{de}	45,1	7,4 ^d
Ultralux PCP	Opallis	32,6	1,8 ^{ab}	32,8	7,4 ^{bc}
	Filtek TM Z350	40,4	4,6 ^{cd*}	30,1	4,2 ^{b*}
	Amelogen [®] Plus	43,3	4,3 ^{cde}	36,2	5,8 ^{bcd}
	Vit-l-escence TM	51,6	2,9 ^{e*}	36,0	4,1 ^{bcd*}

Médias com letras iguais na coluna não tem diferença significativa pelo teste de Newman-Keuls ao nível de 5%

* Médias significativamente diferentes entre topo e base

DISCUSSÃO

A introdução de leds na Odontologia tem repercutido de modo favorável e promissor², visto ser esta uma tecnologia alternativa em razão das limitações das lâmpadas halógenas: pouca durabilidade do bulbo, baixa eficiência na conversão de energia elétrica, emissão de calor, progressiva diminuição da luz de saída³, mau funcionamento das fibras condutoras de iluminação¹⁵, o que produz uma entrega de intensidade de luz inadequada¹⁶ que provoca seu envelhecimento, afetando seriamente a intensidade de polimerização³.

A geração de luz produzida pelos leds não envolve processo térmico. Esses aparelhos têm vida útil estimada em milhares de horas com reduzida degradação do fluxo luminoso ao longo do tempo, têm baixo consumo de energia^{4,17} e não necessita de filtros, porque o feixe de luz emitido coincide com o espectro de absorção da canforoquinona, que é o fotoiniciador presente na maioria dos compósitos dentais¹. Entretanto, significativa parcela de profissionais utiliza os aparelhos de luz halógena em função da efetividade comprovada, da simplicidade tecnológica, do custo relativamente baixo e da capacidade de promover ativação de grande número de fotoiniciadores¹.

Devido a essa popularidade, encontram-se no mercado odontológico, diferentes tipos de aparelhos que possuem diversas opções de ponteiros condutoras de luz.

Optou-se por um distanciamento padronizado de 2 mm entre a ponta da luz e a superfície da resina, pois autores¹⁸ consideraram esse espaço a mais curta distância da ponta da luz guia ao fundo de uma classe I. Também Aravamundhan et al.¹⁰ comentaram que a distância entre a ponta da luz fotopolimerizadora e a superfície da resina composta é considerada uma variável que pode interferir nos resultados, opinião essa concorde com a de Nomoto et al. (2006)¹⁹, que afirmaram serem as propriedades físicas dos compósitos curados pela luz influenciadas pela distância da superfície irradiada.

Vários autores^{3,7,13,14,19,20} conduziram estudos que objetivaram comparar a efetividade de polimerização dos LEDS e de aparelhos de luz halógena, mas ainda restam muitas dúvidas a serem elucidadas. Entre elas, se haveria diferença ao se utilizar condutores de luz de vidro ou de acrílico, assim como quais seriam mais efetivos quando comparados com os LEDs de segunda geração.

Nesta pesquisa, constatou-se que todas as resinas polimerizadas com o led Ultra Lume Led 2, a resina Amelogen[®] Plus submetida à luz Ultralux SO e as resinas Opallis e Amelogen[®] Plus sob ação da luz Ultralux PCP não apresentaram alteração significativa de microdureza entre as superfícies de topo e base, o que é corroborado pelos resultados obtidos por Tsai et al. (2004)²⁰ e Oberholzer et al. (2005)²¹, que também avaliaram LEDs e luz halógena. Ressalte-se, porém, que, neste estudo, as menores médias de dureza na superfície de topo foram obtidas com a resina Opallis, principalmente quando polimerizada com o led. Por outro lado, as maiores médias pertencem ao grupo da resina composta Vit-l-escence[™] quando submetido ao Ultra Lume Led 2 e Ultralux PCP, seguido da Filtek[™] Z350 sob a ação do led. Quanto à base, a menor média foi obtida com o compósito Opallis polimerizado com o Ultra Lume Led 2 e a maior com a resina Vit-l-escence[™] seguida pela Amelogen[®] Plus submetida ao aparelho Ultralux com a ponta SO.

Para produzirem radicais livres suficientes para que possa ocorrer uma polimerização adequada, as resinas fotoativadas devem não somente receber energia total suficiente como também no comprimento de onda apropriado⁸. Ainda, a diferença na produção espectral pode ter um efeito significativo sobre os sistemas fotoiniciadores e sobre a polimerização final da resina, pois a fotossensibilidade é dependente do comprimento de onda.⁸

Essa poderia ser a explicação para os resultados obtidos com a resina Opallis que, ao ser submetida ao led Ultra Lume Led 2, tanto no topo como na base, apresentou uma microdureza significativamente inferior em relação aos outros compósitos. Situação inversa foi encontrada por outros autores²¹ que também avaliaram o Led Ultra Lume Led 2, porém com diferentes resinas compostas, e obtiveram resultados em ambas as superfícies significativamente maiores que os proporcionados pela luz halógena. Entretanto, neste estudo, essa mesma marca comercial de resina apresentou os menores resultados de microdureza na superfície de topo, em relação às outras, mesmo quando polimerizada pela luz halógena, independente do tipo de ponteira. Durante a realização desta investigação, ao se manipular essa resina, observou-se menor resistência e maior escoamento quando comparada às outras que fizeram parte da pesquisa. As constatações obtidas por esta averiguação científica são concordes com os resultados de outro estudo¹¹ cujos autores afirmaram que materiais com maior capacidade de escoamento tem sua dureza superficial significativamente menor.

As três resinas compostas microhíbridas são similares em percentual de peso e volume. Já a resina nanoparticulada apresenta maior carga inorgânica com 78,5% do peso e 84,5% do volume, como informa seu fabricante, o que pode ser observado no Quadro 1.

Os quatro compósitos possuem na sua composição o monômero Bis-GMA com alto peso molecular (PM 512). Todavia, a resina composta Opallis, que apresentou menor dureza superficial, possui também o monômero diluente TEGDMA (PM 286), o que poderia justificar sua menor viscosidade, além de, em sua composição, de acordo com o fabricante, constar o monômero Bis-EMA, que tem PM superior (629) ao Bis-GMA, o que promoveria maior viscosidade. A resina nanoparticulada FiltekTM Z350 apresenta também os mesmos monômeros de alto peso molecular (Bis-GMA e Bis-EMA) além do monômero TEGDMA, que reduz a viscosidade e facilita a incorporação de maior quantidade de carga²². Contudo, essa resina, quando manipulada, não demonstra menor viscosidade. Ao contrário da resina Opallis, a resina FiltekTM Z350 apresentou maiores valores de dureza quando polimerizada pelo led Ultra Lume Led 2 (49,4 topo e 40,4 base), tendo a dureza das superfícies de topo, quando submetidas à luz halógena, sido similar, ou seja, apresentado valores de 39,8 com Ultralux SO e 40,4 com Ultralux PCP. Por outro lado, houve diferença quando se comparou as superfícies de base, sendo apresentada menor dureza quando se utilizou a Ultralux PCP (30,1) e maior (38,2) quando polimerizada com a ponta semiorientada de vidro do aparelho

Ultralux. Há de se ressaltar que, para todas as resinas investigadas, as menores discrepâncias entre a microdureza de topo e a de base das resinas compostas foram obtidas quando se utilizou a luz halógena com ponteira de vidro (SO).

A faixa mais estreita de radiação emitida pelos leds²³ é adequada para polimerizar compósitos que possuem canforoquinona em sua composição; no entanto, fotoiniciadores alternativos que absorvem em comprimentos de onda mais curtos provavelmente não serão suficientemente ativados²⁴. Segundo Alvim et al. (2007)²⁵, os fabricantes normalmente não citam todos os fotoiniciadores incluídos em seus produtos, o que poderia explicar o desempenho da resina Opallis, visto que seu perfil técnico informa possuir coiniador, embora não o especifique. Poder-se-ia deduzir que o referido coiniador não é ativado com o comprimento de luz emitido pelo led em questão. Entretanto, o led Ultra Lume Led 2, por ter uma abrangência de 410 nm a 490 nm, é capaz de polimerizar compósitos que usem fotoiniciadores e coiniadores que são ativados por luz com comprimento de onda mais baixo¹⁸. O espectro do referido aparelho pode ser visualizado na Figura 1, assim como o do dispositivo de luz halógena.

A microdureza de um compósito tem sido utilizada para demonstrar a existência de correlação com o grau de conversão de monômero^{6,22} e que a menor dureza de um compósito pode indicar menor grau de conversão de monômero¹¹. Consequentemente, restaurações confeccionadas com resinas compostas que apresentem menor microdureza são supostamente menos resistentes aos esforços mastigatórios e passíveis de menor longevidade clínica.

Neste estudo, a resina composta Vit-l-escenceTM apresentou a maior microdureza tanto na superfície de topo como na base, e a Amelogen[®] Plus, um desempenho ligeiramente inferior, porém homogêneo, tanto quando submetida ao led de segunda geração como à luz halógena. Esse resultado está em concordância com os de outros autores^{17,26}, quando alegam que muitas luzes leds de segunda geração são capazes de produzir um desempenho de polimerização equivalente ao das fontes halógenas convencionais usando tempos de exposição similares. Todavia, deve-se considerar como exceção a resina Opallis que, neste experimento, apresentou melhor desempenho quando submetida à luz halógena, porém inferior ao dos demais compósitos quando polimerizados por quaisquer fontes de luz avaliadas.

CONCLUSÕES

Com base nos resultados obtidos foi possível inferir que:

- o aparelho led proporcionou microdureza equivalente à dos aparelhos halógenos convencionais mesmo que estes utilizassem diferentes ponteiros condutoras de luz;
- as resinas compostas estudadas apresentaram diferentes valores de microdureza independente da fonte de luz;
- em relação às superfícies de topo e base, todas as resinas polimerizadas com o led Ultra Lume Led 2 apresentaram maior microdureza na superfície de topo, o mesmo ocorrendo com a luz halógena, com exceção da resina Opallis, que apresentou diferentes comportamentos diante das fontes de luz estudadas;
- as menores discrepâncias entre a microdureza de topo e base das resinas compostas foram obtidas quando se utilizou a luz halógena com ponteira de vidro (SO).

AGRADECIMENTOS:

Agradecemos à empresa Odontopan, representante da Dabi Atlante em Mato Grosso do Sul, pelo empréstimo do aparelho Ultralux para a elaboração deste trabalho.

REFERÊNCIAS

- 1 Rebelatto C, Reis A, Loguercio AD, Gomes JC, Miranda Júnior WG. Fotoativação e unidades fotoativadoras In: Reis A, Loguercio AD. Materiais dentários restauradores diretos dos fundamentos à aplicação clínica. São Paulo: ed. Santos. 2007. p. 275-320.
- 2 Silva e Souza Jr MH, Araújo JLN, Silva CM. Aparelhos fotopolimerizadores que empregam LEDs e lâmpada halógena de quartzo tungstênio. JBE. 2005; 4(14): 189-94.
- 3 Bala O, Ölmez A, Kalayci ES. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. J Oral Rehab. 2005; 32(2): 134-40.
- 4 Tuboy AM. A tecnologia do LED utilizada na polimerização de materiais dentais. São Carlos: MMOptics; 2003.

- 5 Anusavice KJ. Propriedades mecânicas dos materiais dentários. In: Anusavice KJ. Phillips, materiais dentários. Rio de Janeiro: Elsevier; 2005.p.69-97.
- 6 Pereira SK, Rastelli ANS, Souza CD, Bortoli D. Efeito da luz halógena e Led's na microdureza de resinas compostas. RGO 2004; 52(1): 7-12.
- 7 Cefaly DF, Ferrarezi GAO, Tapety CM, Lauris JR, Navarro MF. Microhardness of resin-based materials polymerized with LED and halogen curing units. Braz Dent J. 2005; 16(2): 998-102.
- 8 Price RBT, Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the micro-hardness of resin composites. doi:10.1016/j.dental.2009.01.098 Dent Mater. 2009.
- 9 Nitta K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites. Dent Mater. 2005; 21(3): 217-23.
- 10 Aravamundhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. Dent Mater. 2006; 22 (11): 988-94. \
- 11 Uhl A, Sigusch BW, Jandt KD. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. Dent Mater. 2004; 20(1): 80-7.
- 12 Becker BA, Costa SXS, Rastelli ANS, Andrade MF, Bagnato VS, Bier CAS. Influencia dos agentes clareadores na microdureza de resina composta nanoparticulada. RGO 2009; 57(1): 27-31.
- 13 Firoozmand LM, Araújo RM, Balducci I. Influência de fotopolimerizadores de luz halogena X led azul na dureza de resina composta. Ciênc. Odontol.bras. 2005; 8(1): 67-74.
- 14 Gomes GM, Calixto AL, Santos FA, Gomes OMM, Dalpino PHP, Gomes JC Hardness of a bleaching-shade resin composite polymerizes with different light-curing sources. Braz Oral Res 2006; 20: 337-41.
- 15 Campregher UB, Samuel SM, Fortes CB, Medina AD, Collares FM, Ogliari FA. Effectiveness of second-generation light-emitting diode (LED) light curing units. J Contemp Dent Pract. 2007; 8(2): 35-42.
- 16 Davidson CL, de Gee AJ. Light-curing units, polymerization, and clinical implications. J Adhes Dent. 2000; 2(3): 167-73.
- 17 Pilo R, Oelgiesser D, Cardash HS. A survey of output intensity and potential for depth of cure among light-curing units in clinical use. J Dent 1999; 27(3): 235-41.
- 18 Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. J Adhes Dent 2003; 5(4):283-91.

- 19 Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hirano S. Light exposure required for optimum conversion of light activated resin systems. *Dent Mater.* 2006; 22(12): 1135-42.
- 20 Tsai PC, Meyers IA, Walsh LJ. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Dent Mater.* 2004; 20(4): 364-9.
- 21 Oberholzer TG, Du Preez IC, Kidd M. Effect of LED curing on the microleakage, shear bond strength and surface hardness of a resin-based composite restoration. *Biomaterials.* 2005; 26(18): 3981-6.
- 22 Reis A, Loguercio AD, Bittencourt DD, Góes MF. Resinas compostas In: Reis A, Loguercio AD. *Materiais dentários restauradores diretos dos fundamentos à aplicação clínica.* São Paulo: Santos. 2007. p. 131-77.
- 23 Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). *Dent Mater.* 2000; 16(1): 41-7.
- 24 Hofmann N, Hugo B, Klaiber B. Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. *Eur J Oral Sci.* 2002; 110(6): 471-9.
- 25 Alvim HH, Alecio AC, Vasconcellos WA, Furlan M, de Oliveira JE, Saad JR. Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade. *Dent Mater* 2007; 23:1245-9.
- 26 Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights--what's new? *Compend Contin Educ Dent.* 2005; 26(8): 586, 588, 590-1.

ANEXOS

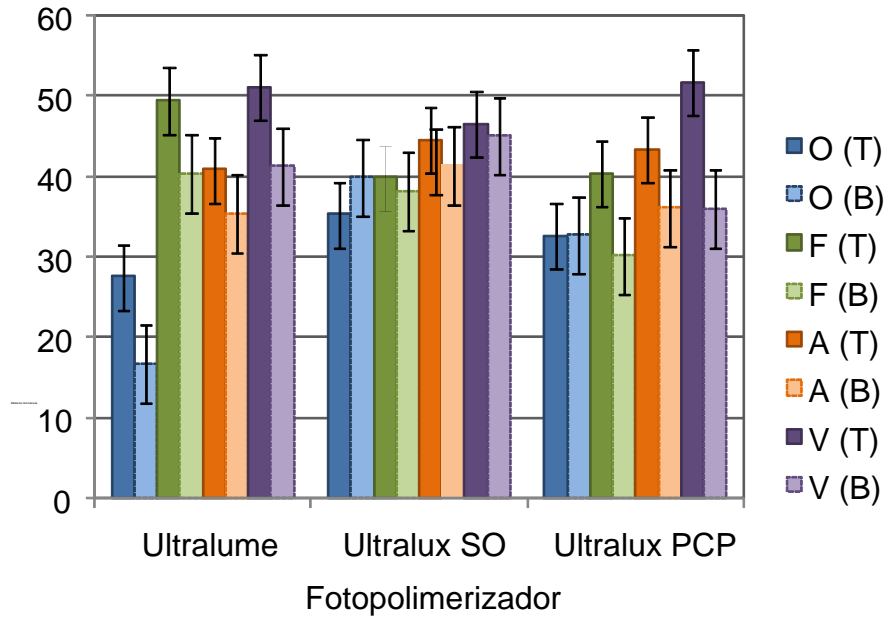


Figura 1 - Médias amostrais (colunas) e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais (barra vertical) de microdureza Vickers de acordo com o fotopolimerizador; a resina: Opallis (O), Filtek™ Z350 (F), Amelogen Plus(A) e Vit-L-Escence (V) e a superfície de medição: topo (T) e base (B).

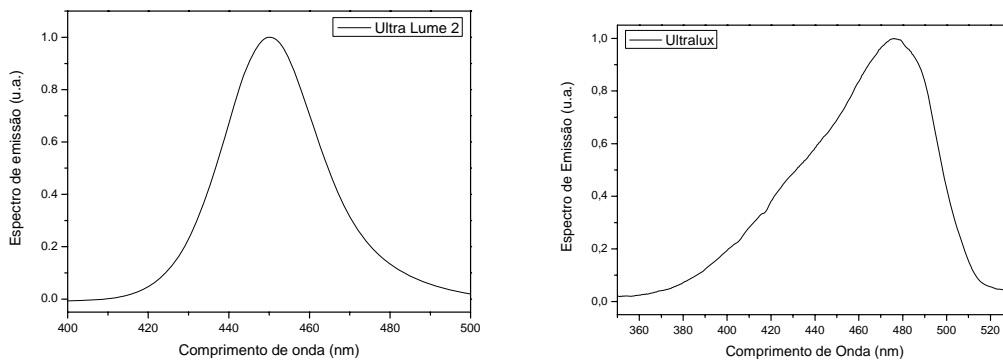


Figura 2 - Espectros de emissão dos aparelhos fotoativadores à base de leds e luz halógena Ultra Lume 2 (Utradent) e Ultralux (Dabi-Atlante).

The effect of photopolymerization devices and time on the microhardness of composite resins

Benícia Carolina Iaskieviscz Ribeiro, DDS, MS, **Juliana Maria Capellozza Boaventura**,
DDS, MS, **Renato de Souza Queiroz**, DDS, MS, **Renato Miotto Palo**, DDS, MS, PhD, **Cornelis**
H. Pameijer, DMD, DDS, PhD, **José Roberto Cury Saad**, DDS, MS, PhD.

Corresponding author: **University of São Paulo State, Araraquara School of Dentistry,
Department of Restorative Dentistry, 1680 Humaitá St., Araraquara, SP, 14801- 903, Brazil.**

*e-mail: becarol.odonto@uol.com.br

The effect of photopolymerization devices and time on the microhardness of composite resins

Abstract: **Purpose:** The Vickers microhardness of nanoparticulate, microhybrid and composite resins was measured after polymerization using several sources of light in continuous mode. **Methods:** Eighteen groups, each consisting of 5 samples (n=5) were fabricated using a metal mold (4 mm in diameter and 2 mm thick – ISO 4049). The following composite resins were tested after 40s of exposure: Filtek™ Z350, Amelogen® Plus, Vit-l-escence™ and Opallis. For photopolymerization the following LED devices were used: Radium-Cal, Elipar Free Light™ 2, Ultra Lume LED 5, while the Ultralux (QTH) halogen light was used for the control group. A Vickers microhardness test was performed on the top and bottom surface immediately after curing and after 24 hours. A three-factor analysis of variance to determine statistical significance was performed analyzing the effect of light, resin composite and exposure time. **Results:** For the top as well as bottom surfaces, the microhardness from low to high based on the photopolymerization units was: Ultra Lume Led 5 > Radium-Cal > Ultralux > Elipar Free Light™ 2 (P<0.05). Furthermore, the mean microhardness of the top surface increased significantly after 24 hours for all samples. In contrast, after 24 hours the bottom surface showed an increase in mean microhardness only for Vit-l-escence™ and Filtek™ Z350, regardless the photopolymerization device. Microhardness of the resin composites from low to high was: Opallis < Amelogen® Plus < Vit-l-escence™ < Filtek™ Z350, regardless of the time of radiation. The nanoparticle resin (Filtek™ Z350) presented greater hardness at both top and bottom surfaces, whereas the Opallis microhybrid scored the lowest values regardless of the time factor.

CLINICAL SIGNIFICANCE: The microhardness test permits determining the efficacy of photopolymerizing devices by analyzing the hardness of composite resins, thus indirectly determining the degree of conversion, which is associated with clinical longevity of resin composites restorations.

Introduction

Esthetic adhesive dentistry has made great progress at the beginning of the 21st century, thanks to technological advances and development of improved materials. These innovations unquestionably have improved the restorative techniques and patient satisfaction, in particular with the use of resin composites.

Diverse factors can interfere with the polymerization of resin composites, such as: composition and color, light intensity and wavelength of energy sources.¹ Therefore new materials need to offer better physical, mechanical and biological properties and the restorative techniques must be specified in detail so that the practitioner can offer longer-lasting restorations to the patient.

Current polymerization devices are undeniably a fundamental factor in the resin curing process and manufacturers offer countless devices with different options. It is impossible to deny the importance of halogen lights that have been used for almost three decades in dentistry, however, their limitations are well-documented in pertinent literature.²⁻⁴ With the advent of led technology, new perspectives emerged for using light in dentistry.^{5,6} The blue light emitting diode (LED) has the advantage of a narrower spectral band than the quartz-tungsten-halogen (QTH) light and a better association of the light emitted and the absorption of the camphoroquinone photoinitiator.⁷⁻¹⁰

In general, the hybrid and microhybrid resin composites have been thoroughly investigated^{3,11-20} in relation to their physical and mechanical properties, but differences between them in their organic as well as inorganic phases make it possible for composites produced by the same manufacturer to present different behaviors. The study of nanoparticulate resins is also important since they present peculiar characteristics especially related to load, although their indication for use is similar to that of the microhybrids. Furthermore, the behavior of composite resins when exposed to second and third generation

led lights must still be evaluated using halogen light as a standard. Thus, the objective of this study was to investigate the microhardness of microhybrid and nanoparticulate resin composites when submitted to polymerization with different energy sources, and their curing potential immediate post curing and after 24 hours.

Materials and Methods

For this experiment a nanoparticle resin (FiltekTM Z350^a) and three microhybrid resins (Amelogen[®] Plus^b, Vit-I-escence^{TM b} and Opallis^c) all in A2 shade were selected (Table 1).

Two second generation ledss Radium-Cal^d and Elipar Free LightTM 2^a and one third generation led, Ultra Lume Led 5^b were used in this study, while an Ultralux^c halogen light served as control. All lights were used in the conventional mode for 40 seconds. The halogen light device has a guided active (glass) tip, 8 mm in diameter, 440 mW of power, with a light intensity of 426 mW/cm² and wavelength of 400 to 500 nm.

The Irradiance of all the devices was checked before making the test samples with a Power gauge or Powermeter Fieldsmaster^c, model FM, series 11M96. The following formula was used: $I = P/A$ where I = Irradiance or power density, P = Power and A = Area, where power is determined by mW and area by cm². Table 2 shows the led devices used in this study and their main characteristics.

The emission spectra for the devices used in this study are shown in Figure 1.

A round aluminum mold, 4mm in diameter, 2mm of thickness with a 2mm opening in the center, was used to fabricate the test samples according to the ISO 4049.

The aluminum mold was centered over a polyester matrix positioned on a slab of glass. The resin composites were inserted with a CIGFTMIN 3^f spatula in one increment. A polyester matrix then covered the resin composite. In order to create a flat surface and displace excess material a glass slab was placed over the opening. This method has been

described by several authors.^{15,19,21} The glass plate was then removed leaving the polyester matrix in place .

Then, a 2mm thick glass plate with an opening that matched the diameter of the light curing device was placed on the aluminum mold making sure the opening was centered over the resin composite. Thus a standardized distance of 2 mm was obtained from the light source to the top surface of the resin composite. Polymerization of the test samples was then completed. After photoactivation of the test samples, they were kept in the metal matrix and stored dry in appropriate lightproof containers. Five test samples (n=5) were fabricated of each resin composite using each of the photopolymerization devices. As such, 20 samples for each resin composite were made with a total of 80 test samples.

Each sample was then divided into 4 quadrants and a microhardness test performed using the MMTT-3 Microhardness Tester^g. One indentation was performed per quadrant at a load of 50 grams for 30 seconds.²² Four indentations per sample were made at the surface of the sample that was directly exposed to the light source (top surface hardness 1) and four at the opposite side of the sample (bottom surface hardness 2). These values were determined in micrometers and immediately transposed into Vickers hardness numbers (VHN). After testing the specimens were stored dry in a black container with a lid at room temperature until the 24-hour test was done. A total of 1280 recordings were done, tabulated and analyzed for statistical significance.

Statistical Analysis - The Vickers hardness at the top and bottom surface of the resin composite samples were analyzed using a three-factor analysis of variance: light, resin composite and measurement time (repeated measurement factor). This analysis was complemented by multiple comparisons of hardness averages using the Tukey test. The four readings on each sample were averaged, which was considered the representative hardness for that surface. A significance factor of $p=5$ was chosen.

Results

The Vickers hardness averages and standard deviations for the top and bottom surfaces for all groups are shown in Table 3.

The hardness averages for top and bottom surfaces are shown in Figures 2 and 3, respectively.

Application of the Tukey test at a 5% significance level made it possible to establish the relations below regarding top and bottom surface hardness averages, immediately after photoactivation as well as after 24 hours.

<i>Top-</i>	Light:	Elipar Free Light TM 2 < Ultralux < Rarii-Cal = Ultra Lume Led 5 (Averages increase significantly after 24h)
	Resin:	Opallis < Amelogen [®] Plus < Vit-I-escence TM = Filtek TM Z350 (Averages increase significantly after 24h)
<i>Bottom-</i>	Light:	Elipar Free Light TM 2 = Ultralux < Rarii-Cal = Ultra Lume Led 5 (Only the average for Elipar Free Light TM 2 increases after 24h)
	Resin:	Opallis < Amelogen [®] Plus < Vit-I-escence TM = Filtek TM Z350 (Only the averages for Vit-I-escence TM and Filtek TM Z350 increase after 24h)

With respect to the Vickers microhardness, and correlated with the light that was used the following sequence could be established: Elipar Free LightTM 2 ≤ Ultralux = Rarii-Cal < Ultra Lume Led 5.

With respect to the resin composites hardness the sequence was: Opallis ≤ Amelogen[®] Plus ≤ Vit-I-escenceTM ≤ FiltekTM Z350, regardless of the time of measurement. Top surface hardness increased after 24 hours, when considering only the resin effect or the light effect, but in relation to bottom surface hardness, only the hardness with the use of the Elipar Free

Light™ 2 increased the hardness for Vit-I-escence™ and Filtek™ Z350. The other measurements remained unchanged after 24 hours.

Considering the effects of light and resin separately for the two measurement time points, the percent ratio between base and top hardness, application of the Tukey test at the predetermined significance level resulted in the following in relation to hardness:

Immediately after photoactivation -

Ultralux < Ultra Lume Led 5 = Raddi-Cal = Elipar Free Light™ 2

Amelogen® Plus = Vit-I-escence™ ≤ Opallis = Filtek™ Z350

24 hours after photoactivation -

Ultralux < Ultra Lume Led 5 = Raddi-Cal = Elipar Free Light™ 2

Amelogen® Plus = Vit-I-escence™ ≤ Opallis = Filtek™ Z350

In relation to ratio averages between base and top Vickers microhardness for photoactivation lights, it could be established that: Ultralux < Ultra Lume Led 5 = Raddi-Cal = Elipar Free Light™ 2, and for the resins: Amelogen® Plus = Vit-I-escence™ ≤ Opallis = Filtek™ Z350, regardless of the measurement period.

Discussion

With the advent of new resin composites and photopolymerization devices, studies are needed to analyze their interaction and their effect on the physical, mechanical and biological properties of these materials.¹⁹ Knowledge of the surface hardness of resin composites is fundamental to understand the mechanical behavior of composites under clinical conditions¹⁹. Surface hardness has been used indirectly to assess the capability of light devices to convert monomers into polymers,^{3,23} which is frequently correlated with the degree of conversion²⁴.

Thus, it helps to understand the mechanical behavior under clinical conditions,¹⁹ which can influence a restoration's ultimate success,²⁵ as well-polymerized materials provide good restorations.¹⁷

A shade A2^{1,14,19,21} was chosen to evaluate the hardness of different resin composites thus avoiding introducing a variable that different pigment of different shades might cause in the transmission of the light spectrum.^{1,11}

Briso et al¹² considered selection of a polymerization unit an important step in conducting clinical studies with resin composites. Therefore, this study used a halogen light, two second-generation leds (Elipar Free LightTM 2 and Radium-Cal) and one third-generation led (Ultra Lume Led 5).

All composite resins were polymerized for 40 seconds and underwent Vickers microhardness testing immediately after polymerization and after 24 hours¹⁶. It was decided to standardize the distance¹⁴ from the guide tip to the surface of the composite resin, since Aravamundhan et al¹ demonstrated that the distance from light tip to the surface is a key variable during polymerization as the light intensity diminished with an increase in distance. This observation has been confirmed by Rueggeberg & Craig²⁶ who also demonstrated that the physical properties of light-cured resin composites did vary with the distance of the light with the irradiated surface. A distance of 2 mm was chosen since it is the approximate distance from the light tip to the bottom to the floor of a preparation for a Class I resin composite restoration, thus simulating clinical conditions.¹⁸ This also helps dissipating the heat that is generated by any light source. This is important as Rastelli et al²⁷ found that halogen light produces an increase in temperature, which can be detrimental to the pulp. However, in their study,²⁷ the samples were placed in direct contact with the light guide tip covering the entire surface of the test sample. This poses a greater risk for increasing the temperature during photopolymerization of a resin composite, regardless the light source.

Calixto et al²² have reported that led units generate minimal heat and therefore there is no need for a fan resulting in a unit that is noiseless and has low power consumption. The authors²² also stated that the efficiency of converting electric energy to usable polymerization energy is higher for blue leds than for conventional lights (14 to 1%, respectively), which is an additional benefit of leds compared to halogen lights.

Regardless of the polymerization device, all resin composites have top surfaces (occlusal surface) that are greater in hardness compared to the bottom surface (in contact with floor of the preparation), both immediately after light curing and after 24 hours. Gomes et al,²⁸ in 2006, explained that the amount of light available to excite the photoinitiator diminishes drastically within a composite resin as a result of light absorption and dispersion by the resin and filler.

In this study, in which all light units were activated for 40 seconds, the halogen light with an 8 mm tip provided superior performance only compared to the Elipar Free LightTM 2 led, with the same size tip. In 2002, Dunn & Bush³ used different light devices, but all with 8 mm tips, and ascertained that halogen lamps produced greater hardness in the upper and lower surfaces compared to leds. Polydorou et al¹⁷ also found that when using shade A2, the halogen light employed for 40 seconds produced statistically superior microhardness values compared to 2 leds units operated at 10 and 20 seconds. However, in this study, the other two leds presented superior results in relation to Elipar Free LightTM 2 and the halogen light. This performance may be partly attributed to the 40 second period employed. Some authors^{3,17} reported that the number of leds can influence the performance of photopolymerization units based on this technology. However, as reported by Polydorou et al,¹⁷ the Ultra Lume Led 5 device has five leds, but only the central led has greater participation in the polymerization of composite resins. The others are positioned peripherally and have less influence on the

polymerization reaction. Therefore, one must agree that responsibility for the different curing devices used has nothing to do with the number of leds.¹⁷

Although Nita et al¹⁴ found that when using 4 mm tips, irradiation was approximately two times greater than with 8 mm tips and nearly 3 times greater compared to 10 mm, in this study, the performance of the third generation Ultra Lume Led 5, which has a larger tip, was equivalent to the second generation led Radii-Cal, which had the best performance and has the smallest tip. It can thus be determined that tip dimensions do not interfere with light efficiency in determining the degree of microhardness. Consequently, it is unnecessary to increase irradiation time when using leds with larger diameter light guide tips to compensate for the reduced radiation produced by devices with larger tips.¹⁴

The reason for the excellent performance of the Ultra Lume Led 5 is that third generation leds use the same chip as the second generation, but they also include one or more low-energy chips that emit a second frequency on a violet spectral band⁵. With this additional 395–410 nm band, these third generation, double peak lights²⁰ are capable of polymerizing a larger area than single peak leds releasing similar irradiation.^{31,32} Second generation LEDs are capable of producing an appropriate polymerization performance^{5,13,32} providing similar or better mechanical properties than halogen lamps in resin composites without co-initiators.³²

However, it should be emphasized that the performance of one of the tested devices, a second generation led, was worse than the halogen lamp, which was also corroborated by Dunn et al³ in 2002. In this study, in which all devices were operated for 40 seconds, statistically significant differences between the light sources were noted, in ascending order: Elipar Free LightTM 2 < Ultralux < Ultra Lume Led 5 = Radii-Cal.

It was observed that regardless of time and light source, the nanoparticulate resin (FiltekTM Z350) produced greater hardness on the top surface. The Opallis microhybrid resin had the lowest values. The same occurred when analyzing the bottoms surface. There were,

however, interesting findings that need to be discussed. When Vit-l-escence™ (microhybrid) and Filtek™ Z350 (nanoparticulate) resin composites were exposed to halogen light (Ultralux), there was no statistically significant difference in microhardness of the top surface. The same observation was made Ultra-Lume Led 5 and Radium-Cal Leds. Vit-l-escence™ only performed poorly with the Led Elipar Free Light™ 2. The other microhybrid, Amelogen® Plus, behaved similarly to Vit-l-escence™ resin when submitted to Ultra Lume Led 5 and Elipar Free Light™ 2 led light. In this study, top surface hardness varied with significant differences, depending on the photopolymerization unit used, which confirmed findings by Polydorou et al¹⁷. As stated previously the microhardness of the top surface of resin composites in ascending sequence was: Opallis < Amelogen® Plus < Vit-l-escence™ = Filtek™ Z350. All resin composites had their worst results when polymerized with an Elipar Free Light 2. These results contradict Felix et al¹³ who considered the Elipar Free Light™ 2 Led a substitute for halogen lamps. However, insufficient light photons in the correct wavelength, although absorbed by the photoinitiator, will produce an unfavorable degree of conversion, which may result in reduced hardness.^{34,35}

After 24 hours there was a significant increase in top surface microhardness for all samples regardless the light source. This was also observed by Oberholzer et al¹⁶ and Felix & Price¹⁸, indicating that further polymerization takes place.

On the bottom surface, the nanoparticulate resin presented the greatest microhardness, followed by the Vit-l-escence™ microhybrid, while the averages for both increased after 24 hours. The resin with the lowest microhardness average, regardless of the period evaluated or the photopolymerization device, was the Opallis resin. The latter and Amelogen® Plus scored hardness averages that were the same for the immediate and the 24 hour period. The spread of light within resin composites depends on the size of the particles. Thus, shorter wavelengths spread more than longer ones and may not reach the bottom of the restoration. Composite

resins that predominantly use alternative photoinitiators should be polymerized in smaller increments. Thus, the bottom of the test body would be more exposed to the shorter wavelengths. This variation in hardness for the top and bottom surfaces demonstrates that some composite resins filter shorter wavelengths more than longer wavelengths.^{37,38}

The Opallis resin's performance, if analyzed from the perspective of second generation leds that have a narrow 450 to 470 nm band for operating in the visible light spectrum, would be explained if it contained only camphoroquinone as a photoinitiator and if its co-initiators were not excited by lower wavelengths.^{31,33} This would be a possible explanation since the manufacturers normally do not mention all the photoinitiators included in their products.^{39,40} These alternative photoinitiators are less sensitive to shorter wavelengths (< 420 nm) of blue light. However, the Opallis resin's poor performance when compared to other composites is discrepant as it also occurred under halogen light, which encompasses a broader spectrum, as do third generation leds.

Whithin the limitations of an *in vitro* study, the results of the present investigation indicate the nanoparticle resin (Filtek™ Z350) generated the greatest hardness while the Opallis microhybrid resin presented less hardness at the top and bottom surfaces, regardless of the time factor; the third generation led (Ultra Lume Led 5) and one of the second generation leds (Radii-Cal) demonstrated a greater capacity for polymerizing resins, without statistically significant difference between each other; halogen light demonstrated superiority only when compared to the Elipar Free Light™ 2 led; the polymerization capacity of the devices had no relation to the size of the light conducting tips.

- a. 3M ESPE, St. Paul, MN, USA
- b. Ultradent Products, South Jordan, UT, USA
- c. FGM Dental Products, Joinville, SC, Brazil
- d. SDI Dental Product SDI, Bayswater, Vitoria, Australia
- e. Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brazil
- f. Oraltech, São Paulo, SP, Brazil
- g. Coherent Commercial Products Division, Santa Clara, CA, USA
- h. Buehler, Lake Bluff, Illinois, USA

Acknowledgements: In memorium: We thank Prof. Maria Salete Machado Candido, College of Dentistry, UNESP.

We also acknowledge Prof. Gelson Luis Abado of the Department of Dental and Prosthesis Materials, UNESP-Araraquara, who provided the MMTT-3 Microhardness Tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA). 3M/ESPE Brazil, Odontopan representative for Dabi-Atlante and Dr. Patricia Amaral for the use of light curing units for this study.

Dr. Ribeiro is Professor, Prosthesis and Restorative Dentistry Department of Federal University of Mato Grosso do Sul – Brazil and PhD student of Restorative Dentistry Department, Araraquara Dental School of Sao Paulo State University.

Dr. Boaventura and Dr. Queiroz are PhD students of Restorative Dentistry Department, Araraquara Dental School of Sao Paulo State University.

Dr. Palo is Substitute Professor of Endodontic Department of Sao Paulo State University – Campus Sao Jose dos Campos and Professor of post-graduation degree of Endodontic course in ABENO – Sao Paulo – Brazil.

Dr. Pameijer is Professor Emeritus Department of Reconstructive Sciences, University of Connecticut School of Dental Medicine, Farmington, CT USA

Dr. Saad is Professor of Restorative Dentistry Department, Araraquara Dental School of Sao Paulo State University.

.

References

1. Aravamudhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dent Mater* 2006; 22: 988-94
2. Bala O, Olmez A, Kalayci S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. *J Oral Rehabil* 2005; 32: 134-40.
3. Dunn WJ, Bush AC. A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units. *J Am Dent Assoc* 2002; 133: 335-41.
4. Stahl F, Ashworth SH, Jandt KD, Mills RW. Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential. *Biomaterials* 2000; 21: 1379-85.
5. Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights--what's new? *Compend Contin Educ Dent* 2005; 26:586, 588, 590-1.
6. Tsai PC, Meyers IA, Walsh LJ. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Dent Mater* 2004; 20: 364-9.
7. Campregher UB, Samuel SM, Fortes CB, Medina AD, Collares FM, Ogliari FA. Effectiveness of second-generation light-emitting diode (LED) light curing units. *J Contemp Dent Pract* 2007; 8: 35-42.
8. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *J Esthet Restor Dent* 2002; 5: 286-95.
9. Mills RW, Jandt KD, Ashworth SH. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. *Br Dent J* 1999; 186: 388-91.
10. Nomura Y, Teshima W, Tanaka N, Yoshida Y, Nahara Y, Okazaki M. Thermal analysis of dental resins cured with blue light-emitting diodes (LEDs). *J Biomed Mater Res* 2002; 63: 209-13.

11. Al-Qudah AA, Mitchell CA, Biagioni PA, Hussey DL. Effect of composite shade, increment thickness and curing light on temperature rise during photocuring. *J Dent* 2007; 35: 238-45.
12. Briso AL, Fedel TM, Pereira Sde M, Mauro SJ, Sundfeld RH, Sundfeld ML. Influence of light curing source on microhardness of composite resins of different shades. *J Appl Oral Sci* 2006; 14: 10-5.
13. Felix CA, Price RB, Andreou P. Effect of reduced exposure times on the microhardness of 10 resin composites cured by high-power LED and QTH curing lights. *J Can Dent Assoc* 2006; 72: 147.
14. Nitta K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites. *Dent Mater* 2005; 21: 217-23.
15. Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hirano S. Light exposure required for optimum conversion of light activated resin systems. *Dent Mater*; 22: 1135-42.
16. Oberholzer TG, Du Preez IC, Kidd M. Effect of LED curing on the microleakage, shear bond strength and surface hardness of a resin-based composite restoration. *Biomaterials* 2004; 26: 3981-6.
17. Polydorou O, Manolakis A, Hellwig E, Hahn P. Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units. *Clin Oral Investig* 2008; 12: 45-5.
18. Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *J Adhes Dent* 2003; 5: 283-91.
19. Price RB, Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the micro-hardness of resin composites. *Dent Mater* 2009; 25: 899-908.

-
20. Rode KM, de Freitas PM, Lloret PR, Powell LG, Turbino ML. Micro-hardness evaluation of a micro-hybrid composite resin light cured with halogen light, light-emitting diode and argon ion laser. *Lasers Med Sci* 2009; 24: 87-92.
 21. Cefaly DF, Ferrarezi GA, Tapety CM, Lauris JR, Navarro MF. Microhardness of resin-based materials polymerized with LED and halogen curing units. *Braz Dent J.* 2005;16: 98-102.
 22. Calixto LR, Lima DM, Queiroz RS, Rastelli ANS, Bagnato VS, Andrade MF. Curing depth of composite resin light cured by led and halogen light-curing units. *Laser Phys* 2008; 18: 1365–9.
 23. Mills RW, Uhl A, Jandt KD. Optical power outputs, spectra and dental composite depths of cure, obtained with blue light emitting diode (LED) and halogen light curing units (LCUs). *Br Dent J.* 2002; 193: 459-63.
 24. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater* 2005; 21: 36-42.
 25. Witzel MF, Calheiros FC, Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent* 2005; 33: 773-9.
 26. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 1988; 67: 932-7.
 27. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. *Laser Phys* 2008; 18: 1074–9.
 28. Gomes GM, Calixto AL, Santos FA, Gomes OM, D'Alpino PH, Gomes JC. Hardness of a bleaching-shade resin composite polymerized with different light-curing sources. *Braz Oral Res* 2006;20:337-41.

-
29. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). *Dent Mater* 2000; 16: 41-7.
 30. Price RB, Felix CA, Andreou P. Evaluation of a dual peak third generation LED curing light. *Compend Contin Educ* 2005; 26: 331-2, 334, 336-8.
 31. Price RB, Felix CA, Andreou P. Third-generation vs a second-generation LED curing light: effect on Knoop microhardness. *Compend Contin Educ* 2006; 27: 490-6.
 32. Uhl A, Sigusch BW, Jandt KD. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent Mater* 2004; 20: 80-7.
 33. Caldas DB, de Almeida JB, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Consani S. Influence of curing tip distance on resin composite Knoop hardness number, using three different light curing units. *Oper Dent* 28: 315-20.
 34. Correr AB, Sinhoreti MA, Sobrinho LC, Tango RN, Schneider LF, Consani S. Effect of the increase of energy density on Knoop hardness of dental composites light-cured by conventional QTH, LED and xenon plasma arc. *Braz Dent J* 2005; 16: 218-24.
 35. Chýlek P. Absorption and scattering of light by small particles. By C. F. Bohren and d. R. Huffman. *Appl Opt* 1986; 25: 3166.
 36. Arikawa H, Fujii K, Kanie T, Inoue K. Light transmittance characteristics of light-cured composite resins. *Dent Mater* 1998; 14: 405-11.
 37. Kim SY, Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM. Curing effectiveness of a light emitting diode on dentin bonding agents. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006; 77:164-70.
 38. Alvim HH, Alecio AC, Vasconcellos WA, Furlan M, de Oliveira JE, Saad JR. Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade. *Dent Mater* 2007; 23: 1245-9.

-
39. Michelsen VB, Lygre H, Skålevik R, Tveit AB, Solheim E. Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 2003; 111: 263-71.

TABLES

Table 1. Composition of resin composites used.

Material	Polymeric matrix	Load	% Load	Lot	Manufacturer
Vit-lescense™	Bis-GMA	Strontium Glass Boron Aluminum Silicate with part. of Silica 0.4 – 0.7 μm	58% vol. 75% weight	B2WT6	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Amelogen® Plus	Bis-GMA	Barium Boron Aluminum Silicate Glass 0.4 – 0.7 μm	61% vol. 76% weight	B2XGJ	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Opallis	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Barium-Aluminum Glass Silanized silica Pigments and Silicas Particles 40 nm to 3.0μm	57-8% vol 78.5% to 79% weight	O90109	FGM Dental Products, Joinville, SC, Brazil
Filtek™ Z350	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Primary silica (non-agglomerated) Average size of 20nm and zirconium and silica agglomerates with particles between 5 and 29 nm forming agglomerates of 06 to 1.4μm	84.5% vol. 78.5% weight	6CY	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA

Table 2. Types and characteristics of LED devices.

Device	LEDs	Wavelength interval	Intensity	Diameter	Lot
Ultra Lume Led 5	05	370 - 500 nm	800 mW/cm ²	10mm X 13mm, oval	509510
Raddi-Cal	01	440nm - 480 nm	970 mW/cm ²	7mm, circular	4-15614
Elipar Free Light™ 2	01	430 - 480 nm	980 mW/cm ²	8mm, circular	939826018134

Table 3. Averages (A) and standard deviations (SD) for Vickers hardness on the top bottom surfaces, assessed immediately after photoactivation and after 24 hours.

Light	Resin		Top		Bottom	
			Imed	24h	Imed	24h
Ultralux	Filtek™ Z350	A	40.7	43.3	31.8	36.9
		SD	1.8	1.9	3.4	1.5
	Opallis	A	25.4	29.4	20.8	22.4
		SD	1.3	1.5	2.4	1.5
	Amelogen® Plus	A	34.5	37.9	28.0	26.3
		SD	2.8	3.9	2.0	3.2
Vit-l-escence™	A	40.0	45.9	32.0	33.7	
	SD	1.2	2.8	3.3	4.8	
Ultra Lume Led 5	Filtek™ Z350	A	51.1	54.0	46.5	49.3
		SD	3.6	3.0	2.4	3.5
	Opallis	A	27.0	28.8	25.4	25.4
		SD	3.0	2.2	3.5	1.8
	Amelogen® Plus	A	42.7	45.7	35.9	35.9
		SD	3.3	4.8	5.4	4.6
Vit-l-escence™	A	49.5	54.2	39.3	41.7	
	SD	4.1	2.2	3.1	2.2	
Radii-Cal	Filtek™ Z350	A	48.1	54.3	42.1	45.8
		SD	3.6	2.4	2.9	2.1
	Opallis	A	29.7	30.1	27.5	26.9
		SD	2.7	3.6	2.2	3.2
	Amelogen® Plus	A	40.1	47.3	32.2	36.6
		SD	5.0	5.7	6.6	4.9
Vit-l-escence™	A	51.6	57.4	47.0	50.3	
	SD	5.0	4.2	5.9	4.6	
Elipar Free Light™ 2	Filtek™ Z 350	A	35.9	42.2	34.4	39.9
		SD	2.2	1.5	2.5	1.9
	Opallis	A	21.5	24.8	20.4	21.7
		SD	0.5	0.9	0.6	0.7
	Amelogen® Plus	A	27.7	34.2	22.7	28.2
		SD	1.2	1.2	0.9	1.3
Vit-l-escence™	A	29.3	35.4	27.3	32.1	
	SD	2.2	1.3	1.0	1.8	

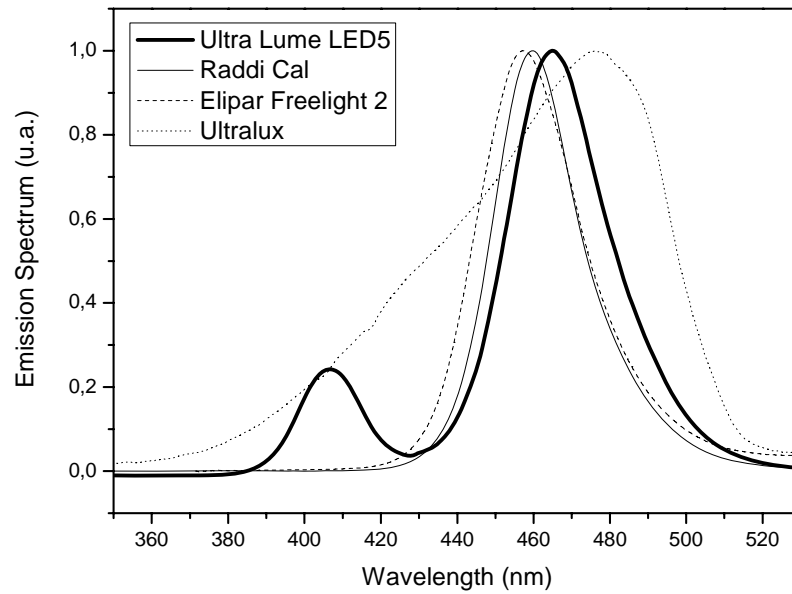
FIGURES**FIGURE 1**

Fig. 1. Emission spectrum for the Ultra Lume Led 5, Raddi-Cal, Elipar Free Light™ 2 and Ultralux devices.

FIGURE 2

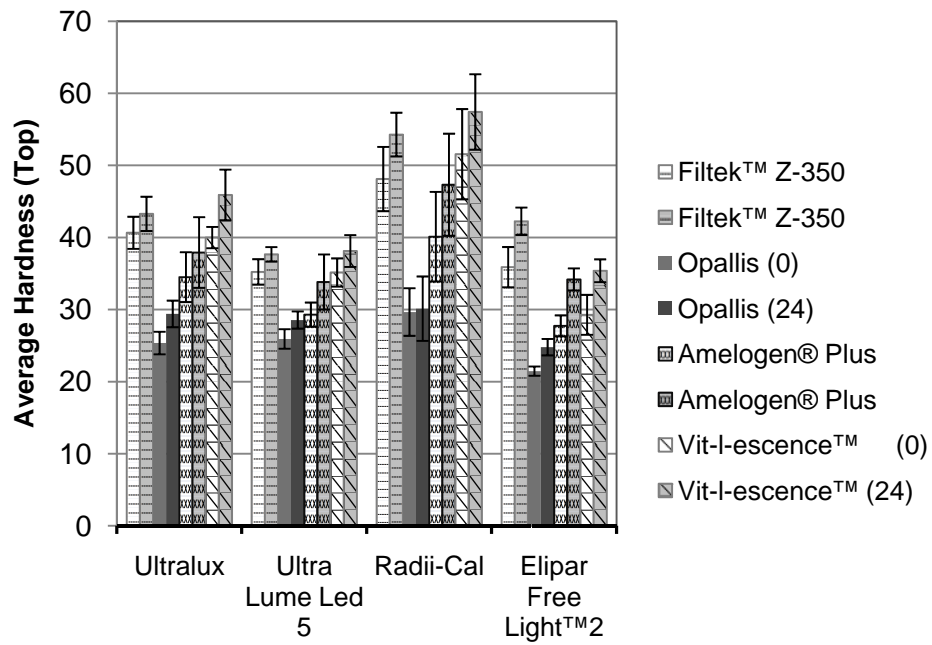


Fig. 2. Sample averages (columns) for top surface hardness and 95% confidence intervals for population averages of the hardness (vertical bars) immediately after photoactivation (0) and 24h later (24).

FIGURE 3

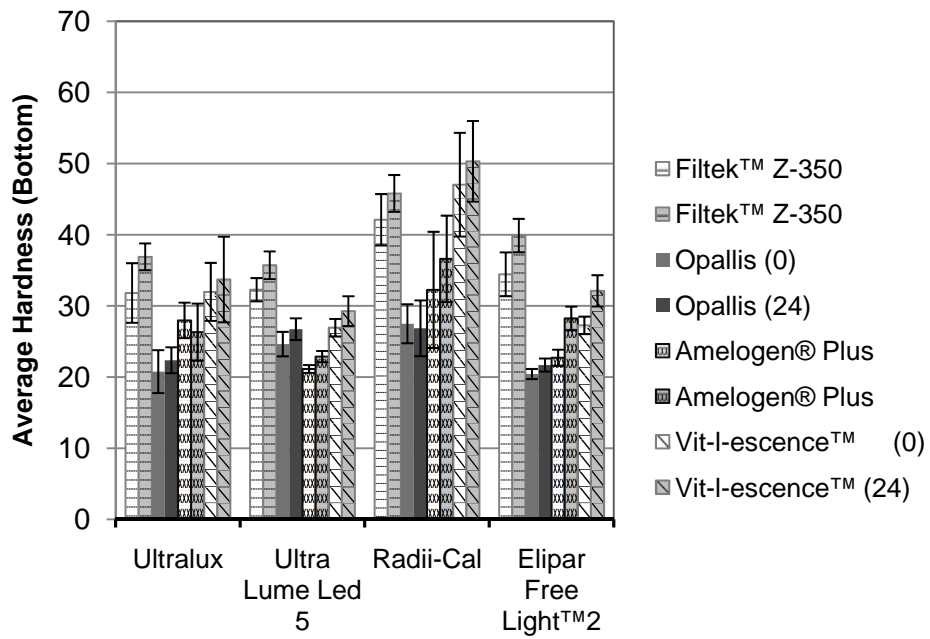


Fig. 3. Sample average (columns) for bottom surface hardness and 95% confidence intervals for population average of the hardness (vertical bars) immediately after photoactivation (0) and 24h later (24).

TABLE CAPTIONS

Table 1. Main characteristics of composite resins used.

Table 2. Types and characteristics of LED devices used.

Table 3. Averages (A) and standard deviations (SD) for Vickers hardness on the top and base surfaces, assessed immediately and 24 hours after photoactivation.

FIGURE CAPTIONS

Fig. 1. Emission spectrum for the Ultra Lume Led 5, Ralii-Cal, Elipar Free LightTM 2 and Ultralux devices.

Fig. 2. Sample averages (columns) for top surface hardness and 95% confidence intervals for population averages of the hardnesses (vertical bars) immediately after photoactivation (0) and 24h later (24).

Fig. 3. Sample averages (columns) for bottom surface hardness and 95% confidence intervals for population averages of the hardnesses (vertical bars) immediately after photoactivation (0) and 24h later (24).

**Degree of conversion of nanoparticle and microhybrid composite resins photo-activated
by different generations of Leds**

Benicia Carolina Iaskieviscz Ribeiro^{ab}, Juliana Maria Capelozza Boaventura^a, Joel de Brito
Gonçalves^b, Alessandra Nara de Souza Rastelli^{ac}, Vanderlei Salvador Bagnato^c, José Roberto
Cury Saad^a

^a Department of Restorative Dentistry, São Paulo State University (UNESP),
Araraquara Dental School, Araraquara, SP, Brazil

^b Department of Prosthesis and Restorative Dentistry, University Federal of Mato
Grosso of Sul, Campo Grande, MS, Brazil

^c Physical Institute of São Paulo State University (USP), São Carlos, SP, Brazil

* Corresponding author at: Rua Humaitá, 1680, Centro, Araraquara, SP, P.O.Box
355, CEP: 14801-903, Brazil. Tel:+55 16 33016707.

E-mail address: becarol.odonto@uol.com.br

**Degree of conversion of nanoparticle and microhybrid composite resins photo-activated
by different generations of Leds**

ABSTRACT

Objective: This study aimed at evaluating the degree of conversion of four composite resins including one nanoparticle, and 3 microhybrid resins, photo-activated by second and third generations LEDs.

Methods: Filtek™ Z350 composite resins (nanoparticle), and Amelogen® Plus, Vit-l-escence™ and Opallis resins (microhybrids) were photo-activated by second and third generations leds by continuous light, and a quartz tungsten halogen bulb was used as a control group. The samples were stored, and after 24 hours they were pulverized, and then 5mg of the samples were mixed with 100mg of potassium bromide (KBr). After homogenization, they were pressed, which resulted in a pellet, which was evaluated through an infrared spectrophotometer (Nexus 470, Thermo Nicolet).

Results: The analysis of variance (ANOVA) showed a significant effect on the interaction between LCUs and composite resin ($p < 0.001$). The Tukey's test showed that the nano-composite resin (Filtek™ Z350) when photo-activated by halogen lamp (QTH) had the lowest degree of conversion compared to the microhybrid composite resins. The degree of conversion of the nanoparticulated resin (Filtek™ Z350) was also lower using leds. The highest degrees of conversion were obtained using third-generation led.

Conclusion: The nanoparticle resin (Filtek™ Z350) showed a lower degree of conversion, which makes it possible to say that its clinical performance should be lower than that of the microhybrid resins, and especially lower than Vit-l-escence™ resin, which presented the highest values.

KEYWORDS: composite resins; photo-activation; degree of conversion; nanotechnology; LEDs.

1. Introduction:

Despite major technological and scientific advances, materials used for direct adhesive restorations do not offer optimal performance during and after the construction of restorations. Their mechanical, physical and biological properties do not correspond to those of dental structures.^{1,2}

Although widely used in diverse industries such as biomedicine, electronics, aerospace, and means of transportation, it is only recently that nanotechnology has begun to be applied to Dentistry. Due to their small size, it is possible to incorporate more load on composite resins based on this technology,³ which results in better mechanical properties.³⁻⁷ Their optical properties are also improved, since the diameter of its particles is a fraction of a visible light wavelength, and the human eye cannot distinguish them.⁵

Due to their numerous shortcomings, quartz-tungsten-halogen lamps (QTH) are being replaced by other light sources.^{8, 9} As a result, leds, (blue light-emitting diodes), recently introduced in dentistry, have evolved, and the second generation systems are capable of performing equal to halogen LCUs (QTH).^{10, 11} Currently, the leds systems are already in their third generation, characterized by the presence of the same chip used by the second generation systems plus other low-powered chips which will emit a second frequency in the violet spectral range.¹⁰

Ideally, composites should have their monomers converted into polymers during polymerization. Nevertheless, the dimethacrylate monomers exhibit considerable residual unsaturation in the final product, with a degree of conversion (DC) ranging from 55 to 75%.¹² Lower degree of conversion provides composites with inferior mechanical properties and greater discoloration and degradation,² and as a result, restorations with poor wear resistance and poor color permanence.¹³⁻¹⁵

Therefore, the purpose of this study was to investigate the influence of different light sources - three leds, two of the second generation and one of the third generation on the degree of conversion of nanoparticle and microhybrid composite resins.

2. Materials and methods:

2.1. Composite resins used:

In this study we used a nanoparticle composite resin (Filtek™ Z350) and three microhybrid composite resins (Amelogen® Plus, Vit-I-escence™ and Opallis), all indicated for dentin in color A₂. The characteristics of composite resins can be seen in Table 1.

2.2. Light curing units used:

Two second-generation leds (Raddi-Call and Elipar Freelight 2) and one third-generation (Ultra-Lume LED 5) were used. For the Control Group one halogen light unit Ultralux was used. All units had their power measured, before the samples preparation, by a Powermeter (Fieldmaster , Coherent Commercial Products Division, Santa Clara, CA, USA, model FM, series 11M96) and the power density values were calculated using the formula: $I = P/A$, where P is the power, in milliwatts, and A is the light tip area, in square centimeters.

Table 2 shows the units used in this study and the main characteristics.

2.3. Samples preparation:

To obtain the samples, a circular matrix of aluminum with an external diameter of 2.5 cm, and a central diameter of 4 mm, and depth of 2 mm, was used (ISO 4049).¹⁶ A mylar strip was placed on a glass plate, and the matrix was positioned over that. Using a CIGFTMIN 3 spatula (Oraltech-São Paulo, Brazil), the composite resin was placed in the central orifice in a single increment. A second mylar strip was placed over the composite resin and, and another glass plate was slightly compressed in order to regularize the external surface of the composite resin.

Following this, the light curing tips each light-curing unit (LCU), were placed over on matrix containing the composite resin. The standardized distance of 2mm from the light curing tip on the top surface of the composite resin was obtained, in order then to proceed to photo-activation of the samples during 40 seconds of irradiation time.¹⁷

After the photoactivation of each sample, they were stored under dry conditions at room temperature in light-proof receptacles,¹⁸ and identified according to the group to which they belonged.

After 24 hours, the composite resin was pulverized into fine powder. The pulverized composite resin was maintained in a dark room until the moment of the FT-IR analyzes. Five milligrams of the ground powder was thoroughly mixed with one hundred milligrams of KBr powder salt. This mixture was placed into a pelleting device and then pressed in a press with a load of 10 tons during 1 minute to obtain a pellet.¹⁹

2.4. Determination of the degree of conversion (% DC):

The number of double-carbon bonds which are converted into single bonds provides the degree of conversion (% DC) of the composite resin. To measure the degree of conversion, the pellet was placed into a holder attachment into the spectrophotometer (Nexus 470, Thermo Nicolet). For this technique, the samples were made and analyzed after 24 h. The Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) spectra of both uncured and cured samples were analyzed using an accessory of the diffuse reflectance. The measurements were recorded in the absorbance operating under the following conditions: 32 scans, a 4 cm^{-1} resolution, and a 300 to 4000 cm^{-1} wavelength. The percentage of unreactive carbon-carbon double bonds (% C=C) was determined from the ratio of the absorbance intensities of aliphatic C=C (peak at 1638 cm^{-1}) against an internal standard before and after the curing of the specimen: aromatic C-C (peak at 1608 cm^{-1}). The degree of conversion was determined by subtracting the % C=C from 100%, according to the formula:

$$(\%)DC = \frac{1 - (1638\text{ cm}^{-1}/1608\text{ cm}^{-1})_{\text{cured}}}{(1638\text{ cm}^{-1}/1608\text{ cm}^{-1})_{\text{uncured}}} \times 100$$

In this study, statistical tests of analysis of variance (ANOVA) at a 5% level of significance and Tukey test were used adopting the 5% level of significance for decision making.

3. Results:

The assessment of the degree of conversion was carried out by analysis of variance with two factors: light-curing unit and composite resin. Multiple comparisons of degree of conversion averages by the Tukey test followed the analysis. The 5% significance level was adopted for decision making.

In order to verify the significant interaction between the light-curing units and composite resins ($p < 0.001$), we applied the Tukey test which results, displayed in Table 3, demonstrated that the nanoparticle composite resin (Filtek™ Z350), when light-cured with a halogen lamp had the lowest degree of conversion (55.36%) when compared to the microhybrid composite resins, which had average values of 56.12% - Opallis, 60.53% - Amelogen® Plus and 67.82% - Vit-l-escence™. With all the leds the degree of conversion of the resin was also lower, obtaining the following results: 49.77% (Radii-Cal), 52.50% (Elipar Free Light™ 2) and 54.71% (Ultra-lume Led 5). The microhybrid resins which were light-cured by the halogen apparatus also presented the following results: 56.12% - Opallis, 60.53% - Amelogen® Plus and 67.82% - Vit-l-escence™. When light-cured with led, the previously mentioned resins also kept the same order, but for the ones cured with Raddi-Cal, the results were as follows: 55.56% - Opallis, 56.52% - Amelogen® Plus and 64.41% - Vit-l-escence™. With Elipar Free Light™ 2: 58.77% - Opallis, 60.43% - Amelogen® Plus and 69.70% - Vit-l-escence™ and the highest degrees of conversion were obtained with the Ultra-Lume Led 5: 60.52% - Opallis, 62.61% - Amelogen® Plus and 66.26% - Vit-l-escence™.

With the degree of conversion mean values, it may be established that, independent of the light-curing unit used, in crescent order the composite resins provided the following performance: Filtek™ Z350 \leq Opallis \leq Amelogen® Plus $<$ Vit-l-escence™.

Among the light-curing units it was not possible to establish any order according to the averages of degrees of conversion. Figure 1 shows the representation of the sampling averages and confidence intervals of 95% for the population averages of the degrees of conversion and helps visualizing the results.

4. Discussion

In this study, the authors used composite resins with polymer matrices that exhibit bifunctional monomers (Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA) whose polymerization reaction generates glassy polymers with dense cross-linked networks.²⁰ The literature shows that the formation mechanism of free radical in the polymer varies with the photoinitiator system used.²¹ Authors like Ogunyinka et al.²² and Conti et al.²³ consider that the emission spectra of LCUs and absorption photoinitiators are essential for adequate polymerization.

With incomplete polymerization, leachable residual monomer and the initiator may interfere with biocompatibility² and may spread even to the saliva.²⁴ It is believed that this occurs mainly due to limitations on the mobility of molecules imposed by the rapid formation of a cross-linked network of polymers.²⁵ It is known that the degree of conversion of composite resins varies between 55% and 73% .^{12, 26, 27} The size of the charged particle and the refractive index, the densities of restorative materials, the nature of polymer matrix and exposure to radiation generated by the method of polymerization, can influence the DC of dental combinations.^{12, 28} There is consensus in the literature^{1, 2, 29} that when inadequate levels of conversion are achieved in the polymerization, the mechanical properties and abrasion resistance performance can be compromised, and also that color stability may decline.²

It is known that physical properties of composites cured by light may vary according to the distance from the irradiated surface and, to minimize the chances of interference in this study, the space between the light guide tip and the samples was set at 2 mm.³⁰⁻³⁴ That separation was chosen since the authors,³⁵ consider it, the shortest distance between the tip of the light and the bottom of a Class I composite restoration.

Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR) was chosen to analyze the degree of conversion, as it is an efficient and frequently used technique.^{1, 36-40} Infrared or heat radiation (IR) is an electromagnetic radiation invisible to the human eye which limits the length of the visible spectrum from 750 μm to 0.5 mm and triggers both the vibration and rotation of molecules. That spectroscopy is based on the fact that molecules absorb electromagnetic

radiation in the IR region. These reactive molecules are related to the presence of individual functional groups that give rise to absorption bands in certain defined areas of the spectrum.⁴¹

In literature,^{38, 42, 43} results of degree of conversion of materials polymerized with led are significantly higher than those with halogen light, which can be explained by the wavelength [33]. Nevertheless, this study found that the halogen light (QTH) provided slightly higher results for the nanoparticle resin, compared to leds. It may be said that the heat generated by the QTH lamp has proved to be significantly superior in the conversion of monomers into polymers, since the graded increase of temperature influences the polymerization reaction.²³ However the heat produced by halogen LCUs can cause deleterious effects to the pulp organ.¹⁷

Nonetheless, when comparing the nanoparticle to microhybrid composites, the degree of conversion of the first is lower than other resins cured by any light sources used in this experiment. These results are in accordance with those obtained by Silva et al.⁴⁴ in which the nanoparticle resin showed a lower degree of conversion. A possible explanation for this performance may be related to the difference in the composition of the organic matrix, size, volume and type of particles that interfere with the depth of cure and different spread pattern of incident light.⁴⁵ That can cause an effect of dispersing the light because as light passes through the increasing density of the material, its light intensity is reduced.⁴⁶

Opallis and Amelogen[®] Plus microhybrid resins, when subjected to the action of the third generation Ultra-Lume Led 5 achieved a higher degree of polymerization than when exposed to other units. The largest conversion of monomers into polymers occurred with Vit-I-escence[™] resin, exposed to any of the light units, with a slight increase when cured with Elipar Free Light[™] 2 Led. The lowest conversion was of nanoparticle resin, when subjected to any light-curing units. However, when observing the results with Radium-Cal led, it appears that all the resins that were used in this experiment had a lower degree of conversion when polymerized by that led. Although it is known that blue light emitting diodes (LED) have the advantage of a narrower spectral range than quartz-tungsten-halogen lights (QTH) and a better connection between the emitted light and the absorption and photoinitiator camphorquinone,^{47, 48} in this

particular case, there was a slight decline in their ability to convert monomers into polymers, when compared to other polymerization units that were part of this study.

It should be emphasized that some authors⁴⁹ comment on the influence of the tip diameter because, depending on the type of guide and optical fiber, the light beam may disperse. However, in this study we worked with different diameters of light guide tips (7, 8 and 13 mm), but there were no statistically significant differences among the units that were used. The Radical Cal led, with the smallest beam, has a more restrict range of the light spectrum (440-480nm) enabling a better use of the light emitted, with an absorbance variation between 400 and 500 nm ($\lambda_{\text{max}} = 470 \text{ nm}$).⁵⁰⁻⁵² This led provides an intensity of 970 mW/cm^2 , which is higher than the one from third generation leds (800 mW/cm^2), and slightly lower than the one from the other second generation led (Elipar Free Lighttm 2), with 980 mW/cm^2 . These results are consistent with Cunha et al. 2009¹⁰ who used a halogen lamp (QTH) and an led, both with the same irradiation of 550 mW/cm^2 and same radiation exposure, and they found no statistical difference in the degree of conversion. However, Nita et al.,⁴⁹ although have not assessed the degree of conversion, found in their research, that the guide tip diameter greatly influences irradiation. And, in this study, it was observed that the different dimensions of the same units did not interfere in the results, when comparing only the light-curing units. From the aspect of light sources, it was not possible to establish any order as to the averages of degrees of conversion. Nevertheless when considering only composite resins, significant differences between them were found. It is greatly outstanding that the results with the nanoparticle resin showed the lowest degree of conversion among all composites subjected to this study.

Considering the results obtained here, the importance of more scientific studies is emphasized, in particular with nanoparticle composites and their interactions with different curing units.

5. Conclusion

The nanoparticle resin (Filtek™ Z350) showed a lower degree of conversion and it may be indirectly predicted that its clinical performance will be lower than the microhybrid ones', especially the Vit-l-escence™ resin, which presented the highest values. Resins with a lower degree of conversion offer lower clinic longevity, besides the possibility of pulp compromising, due to the higher number of residual monomers.

ACKNOWLEDGEMENTS

In memoriam: Professor Dr. Maria Salete Machado Candido at the Department of Dentistry, Faculty of Dentistry, UNESP.

To Denis Pablo Jacomassi, PhD student in Material's Science and Engineering – USP/São Carlos, Researcher at the Biophotonics Laboratory / Optical Group / Physics Institute of São Carlos, for the unconditional support for this study.

To the Biophotonics Laboratory / Optical Group / Physics Institute of São Carlos-USP for enabling this study.

To 3M ESPE Brazil, to Dabi-Atlante representative Odontopan and to Dr. Patricia Amaral for supplying equipment.

REFERENCES

1. Schneider LF, Pfeifer CS, Consani S, Prahl SA, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, degree of conversion, hardness and yellowing of dental resin composites. *Dental Materials* 2008; **24**: 1169-77.
2. Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resins and composites. *Dental Materials* 2005; **21**: 56-67.
3. Moszner N, Salz U. New developments of polymeric dental composites. *Progress in Polymer Science* 2001; **26**: 535-76.
4. Moszner N, Klapdohr S. Nanotechnology for dental composites. *International Journal of Nanotechnology* 2004; **1**: 130-56.
5. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *The Journal of the American Dental Association* 2003; **134**: 1382-90.
6. Gatti A, Rastelli ANS, Ribeiro SJL, Messaddeg Y, Bagnato VS. Polymerization of photocurable commercial dental methacrylate-based composites. Photocalorimetry study. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 2007; **87**: 361-4.
7. Bernardi MIB, Rojas SS, Andreeta MRB, Rastelli ANS, Hernandez AC, Bagnato VS. Thermal analysis and structural investigation of different dental composite resins. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 2008; **94**: 791-6.
8. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water-effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. *Journal of Biomedical Materials Research* 1998; **42**: 465-72.
9. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dental Materials* 2002; **18**: 463-9.
10. Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights--what's new? *Compendium of Continuing Education in Dentistry* 2005; **26**: 586, 588, 590-1.

11. Calixto LR, Lima DM, Queiroz RS, Rastelli ANS, Bagnato VS, Andrade MF. Curing depth of composite resin light cured by led and halogen light-curing units. *Laser Physics* 2008; **18**: 1365–9.
12. Ruyter IE, Oysaed H. Composites for use in posterior teeth: composition and conversion. *Journal of Biomedical Materials Research* 1987; **21**:11-23.
13. Sakaguchi RL, Douglas WH, Peters MC. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *Journal of Dentistry* 1992; **20**:183-8.
14. Venhoven BA, de Gee AJ, Davidson CL. Polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylate resins. *Biomaterials* 1993; **14**: 871-5.
15. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW Jr. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Operative Dentistry* 1994; **19**: 26-32.
16. International Organization for Standardization. ISO 4049: 2000. Dentistry - polymer – based filling, restorative and luting materials. 3rd ed. Geneva : ISO, 2000.
17. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Changes in the temperature of a dental light-cured composite resin by different light-curing units. *Laser Physics* 2008; **8**: 1003–7.
18. Cunha LG, Alonso RC, Neves AC, de Goes MF, Ferracane JL, Sinhoreti MA. Degree of conversion and contraction stress development of a resin composite irradiated using halogen and LED at two C-factor levels. *Operative Dentistry* 2009; **34**: 24-31.
19. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. *Laser Physics* 2008; **18**: 1074-9.
20. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002; **23**: 1819-1829.
21. Sun GJ, Chae KH. Properties of 2,3-butanedione and 1-phenyl-1,2-propanedione as a new photosensitizers for visible light cured dental resin composites. *Polymer* 2000; **41**: 6205-12.

22. Ogunyinka A, Palin WM, Shortall AC, Marquis PM. Photoinitiation chemistry affects light transmission and degree of conversion of curing experimental dental resin composites. *Dental Materials* 2007; **23**: 807-13.
23. Conti C, Giorginni E, Landi L, Putignano A, Tosi G. Spectroscopic and mechanical properties of dental resin composite cured with different light sources. *Journal of Molecular Structure* 2005, **744-747**: 641-6.
24. Chen YC, Ferracane JL, Prahl SA. Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone. *Dental Materials* 2007; **23**: 655-64.
25. Chung KH. The relationship between composition and properties of posterior resin composites. *J Dent Res* 1990; **69**: 852-6.
26. Peutzfeldt A, Sahafi A, Asmussen E. Characterization of resin composites polymerized with plasma arc curing units. *Dental Materials* 2000; **16**: 330-6.
27. Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR. *Dental Materials* 2001; **17**: 178-83.
28. Koran P, Kürschner R. Effect of sequential versus continuous irradiation of a light-cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion, and degree of polymerization. *American Journal of Dentistry* 1998; **11**: 17-22.
29. Ferracane JL, Moser JB, Greener EH. Ultraviolet light-induced yellowing of dental restorative resins. *Journal of Prosthetic Dentistry* 1985; **54**: 483-7.
30. Aravamundhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dental Materials* 2006; **22**: 988-94.
31. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *Journal of Dental Research* 1988; **67**: 932-937.
32. Malta DAMP, Kreidler MAM, Villa GE, Andrade MF, Fontana CR, Lizarelli RFZ. Bond strength of adhesive restorations to Er:YAG laser treated dentin. *Laser Physics Letter* 2007; **4**: 153-6

33. Silva PCG, Porto-Neto ST, Lizarelli RFZ, Bagnato VS. Orthodontic brackets removal under shear and tensile bond strength resistance tests - a comparative test between light sources. *Laser Physics* 2008; **5**: 220-26.
34. Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hirano S. Light exposure required for optimum conversion of light activated resin systems. *Dental Materials* 2006; **22**: 1135-42.
35. Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *The Journal of Adhesive Dentistry* 2003; **5**: 283-91.
36. Obici AC, Sinhoretí MAC, Frollini E, Correr-Sobrinho L, Goes MF, Guilherme Elias Pessanha Henriques GEP. Monomer conversion at different dental composite depths using six light-curing methods. *Polymer Testing* 2006; **25**: 282-8.
37. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *Journal of Dental Research* 2005; **84**: 659-62.
38. Bala O, Ölmez A, Kalaycı ES. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. *Journal of Oral Rehabilitation* 2005; **32**: 134-40.
39. Lohbauer U, Rahiotis C, Krämer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. *Dental Materials* 2005; **21**: 608-15.
40. Bandéca MC, El-Mowafy O, Saade EG, Rastelli ANS, Bagnato VS, Porto-Neto ST. Changes on Degree of Conversion of Dual Cure Luting Light-Cured with Blue LED. *Laser Physics* 2009; **19**: 1050-5.
41. Wendl B, Droschl H, Kern W. A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *European Journal of Orthodontics* 2004; **26**: 545-51.
42. Teixeira EC, Thompson JL, Piascik JR, Thompson JY. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of two restorative composites. *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* 2005; **17**: 172-80.

43. Polydorou O, Manolakis A, Hellwig E, Hahn P. Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units. *Clinical Oral Investigations* 2008; **12**: 45-51.
44. da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, de Araújo Lima Barcellos A, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on degree of conversion and crosslink density of dental composites. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 2008; **19**: 1027–32.
45. Knezević A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristić M. Degree of conversion and temperature rise during polymerization of composite resin samples with blue diodes. *Journal of Oral Rehabilitation* 2001; **28**: 586-91.
46. Yap AU, Lee HK, Sabapathy R. Release of methacrylic acid from dental composites. *Dental Materials* 2000; **16**: 172-9.
47. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* 2002; **14**: 286-95.
48. Nomura Y, Teshima W, Tanaka N, Yoshida Y, Nahara Y, Okazaki M. Thermal analysis of dental resins cured with blue light-emitting diodes (LEDs). *Journal of Biomedical Materials Research* 2002; **63**: 209-13.
49. Nitta K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites. *Dental Materials* 2005; **21**: 217-223.
50. Rueggeberg FA, Ergle JW, Lockwood PE. Effect of photoinitiator level on properties of a light-cured and post-cure heated model resin system. *Dental Materials* 1997; **13**: 360-4.
51. Park YJ, Chae KH, Rawls HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. *Dental Materials* 1999; **15**: 120–7.
52. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resin composites. *Acta Odontologica Scandinavica* 2002; **60**: 146–50.

TABLES

Table 1: Main characteristics of composite resins used

Material	Polymeric matrix	Load	% Load	Lot	Manufacturer
Vit-lescence™	Bis-GMA	Strontium Glass Boron Aluminum Silicate with part. of Silica 0.4 – 0.7 µm	58% vol. 75% weight	B2WT6	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Amelogen® Plus	Bis-GMA	Barium Boron Aluminum Silicate Glass 0.4 – 0.7 µm	61% vol. 76% weight	B2XGJ	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Opallis	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Barium-Aluminum Glass Silanized silica Pigments and Silicas Particles 40 nm to 3.0µm	57-8% vol 78.5% to 79% weight	O90109	FGM Dental Products, Joinville, SC, Brazil
Filtek™ Z350	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Primary silica (non-agglomerated) Average size of 20nm and zirconium and silica agglomerates with particles between 5 and 29 nm forming agglomerates of 06 to 1.4µm	84.5% vol. 78.5% weight	6CY	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA

Table 2: Characteristics of light-curing units used in this study

Unit	No of LEDs	Wavelength range	Intensity	Diameter	Series number	Manufacturer
Ultra Lume Led 5	05	370 - 500 nm	800 mW/cm ²	10 mm X 13 mm, oval	509510	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Raddi-Cal	01	440nm - 480 nm	970 mW/cm ²	7mm, circular	4-15614	SDI Dental Product <i>SDI</i> , Bayswater, Vitoria, Australia
Elipar Free Light™ 2	01	430 - 480 nm	980 mW/cm ²	8 mm, circular	939826018134	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Ultralux (QTH)	-----	400-500 nm	426 mW/cm ²	8 mm, circular	004366	Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brazil

Table 3: Averages and standard deviations (\pm SD) for the degree of conversion

Light-Curing Unit (LCUs)	Composite Resine	Average	(\pm SD)	SD
Ultralux	Filtek™ Z350	55.36	0.55	c
	Opallis	56.12	1.26	c
	Amelogen® Plus	60.53	1.37	ef
	Vit-l-escense™	67.82	0.60	ij
Ultra Lume Led 5	Filtek™ Z350	54.71	0.36	bc
	Opallis	60.52	0.39	ef
	Amelogen® Plus	62.61	0.53	fg
	Vit-l-escense™	66.26	1.71	hi
Raddi-Cal	Filtek™ Z350	49.77	1.10	a
	Opallis	55.56	0.66	c
	Amelogen® Plus	56.52	0.70	cd
	Vit-l-escense™	64.41	2.62	gh
Elipar Free Light™ 2	Filtek™ Z350	52.50	0.70	b
	Opallis	58.77	0.29	de
	Amelogen® Plus	60.43	1.12	ef
	Vit-l-escense™	69.70	1.80	J

* averages with the same letters are not significantly different, by Tukey test at 5%

FIGURE

Figure 1

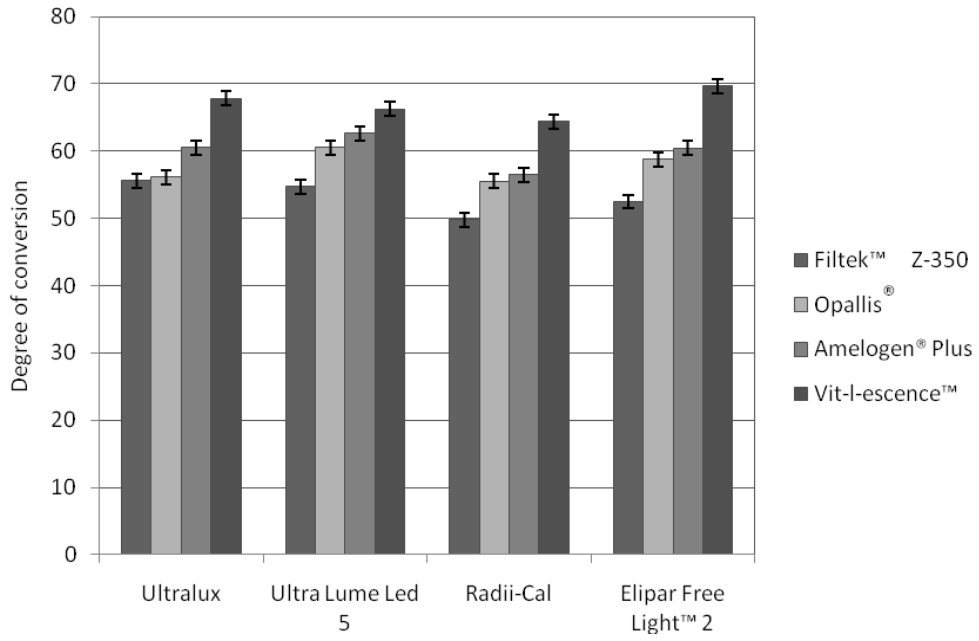


TABLE CAPTIONS

Table 1 - Main characteristics of composite resins used

Table 2 - Characteristics of light-curing units used in this study

Table 3 - Averages and standard deviations (\pm SD) for the degree of conversion

FIGURE CAPTION

Fig. 1 - Graphic representation of the sample averages and confidence intervals of 95% for the population averages of degrees of conversion.

Ainda que estudos sobre resinas compostas sejam muitos^{3,5,12,14-15,19,24,31-,35,38-40,45-46,49-50,55,59,62,64-67,}, as incertezas, as dúvidas, as diversidades técnicas em razão de novos produtos, originam vários questionamentos.

Assim, inúmeras indagações ainda precisam ser elucidadas. Sabe-se que diferenças entre as resinas compostas, tanto em sua matriz polimérica como no conteúdo inorgânico, permitem que até compósitos produzidos por uma mesma casa industrial ofereçam comportamentos distintos de seus produtos. Com inquisições, estimula-se a produção científica. Suas possíveis respostas suscitam novas dúvidas, que estimulam mais estudos e assim sucessivamente tendo como consequência maior desenvolvimento técnico-científico.

Desta forma, é que se produziu o presente estudo, procurando verificar em estudos laboratoriais o comportamento de distintas resinas compostas quando polimerizadas por diferentes fontes de luz.

Em todas as investigações que fazem parte desta tese, foram mantidas as mesmas resinas compostas. Houve a preocupação de modificar as fontes de luz e os testes em si, embora o primeiro e segundo capítulos, referentes à propriedade de dureza, estejam indiretamente relacionados com o terceiro, que se refere ao grau de conversão^{13,21,24,37}.

Neste estudo foram realizadas investigações com dois tipos de ensaios: dureza e grau de conversão e, apesar de não ter havido uma relação direta entre ambos, buscou-se verificar se os resultados seriam compatíveis.

Embora nem sempre a propriedade da dureza tenha o reconhecimento dos cirurgiões-dentistas, vários autores^{3,48,50} a colocam como primordial para avaliar a vida clínica das restaurações de resinas compostas:

As resinas denominadas nanoparticuladas apresentam características peculiares especialmente relacionadas à carga e à sua incorporação na matriz orgânica^{1,38}. A introdução dessa categoria de compósitos é relativamente recente, porém suas indicações de uso são similares às das microhíbridas. Assim, os referidos materiais devem ser motivo de pesquisas, obtendo-se assim respaldo para seu uso clínico. Mesmo que os resultados apresentem-se insatisfatórios, devem ser entendidos como estímulo para o aprimoramento dos produtos, e, portanto, as indústrias devem corrigir suas falhas, aperfeiçoando-os a fim de oferecerem maior qualidade e durabilidade às restaurações efetuadas.

Na primeira parte do trabalho, que veio a compor o Capítulo 1, buscou-se avaliar resinas microhíbridas e uma nanoparticulada, no quesito dureza superficial, considerando que ainda hoje se utilizam como fontes fotopolimerizadoras as unidades de quartzo-halógeno-tungstênio (QTH). Como algumas indústrias disponibilizam diferentes ponteiros

condutoras de luz, questionava-se se haveria diferenças na capacidade de polimerização, quando utilizadas pontas de vidro ou de polímero pintada. E, uma vez que se encontra consolidado o uso dos leds (diodos emissores de luz) para polimerizar os materiais odontológicos resinosos, escolheu-se comparar um de segunda geração, que apresenta como particularidade ter a banda espectral mais extensa que a maioria de seus pares de segunda geração⁵⁰, com a luz halógena. Esse led tem a capacidade de polimerizar outros fotoiniciadores além da canforoquinona⁵⁰, pois seu espectro de ação atinge entre 410 nm e 490 nm, estando próximo da ação das lâmpadas halógenas.

A hipótese levantada – diferentes ponteiros condutoras de luz (halógena) interferem na microdureza superficial de resinas compostas, comparadas com um led de segunda geração – encontrou como resultado, neste trabalho, que os aparelhos testados foram similares em sua capacidade de polimerização tanto para a resina nanoparticulada como para os compósitos microhíbridos, com exceção de uma marca comercial microhíbrida que apresentou menor dureza superficial sob a ação de quaisquer dispositivos fotopolimerizadores. Especialmente, quando submetida à polimerização pela fonte de luz à base de leds, a microdureza da referida resina composta foi significativamente inferior à das demais, o que traz sérias preocupações de ordem clínica, visto que o uso dos diodos emissores de luz se populariza a cada dia. Como já mencionado, os espectros de emissão das

unidades fotopolimerizadoras e os de absorção de fotoiniciadores são fundamentais para governar a eficácia de polimerização⁴⁵. Autores^{50,58} comentam que os leds de segunda geração são capazes de produzir um desempenho de polimerização equivalente ao das fontes halógenas usando tempos de exposições similares. Entretanto, pesquisadores⁵⁸ alertam que os diodos emissores de luz podem induzir a temperaturas mais altas que as das lâmpadas halógenas. Todavia, os fabricantes se preocupam em equipar aparelhos com voltagem recomendada, com chips que atuam como termostatos⁵⁸ que limitam a potência de aquecimento interno. Assim, maximiza-se o tempo de vida dessas fontes de luz e, concomitantemente fornecem-se as características requisitadas pelos profissionais.

No segundo capítulo, as hipóteses a serem testadas referiam-se à influência que diferentes luzes fotopolimerizadoras teriam sobre a dureza das resinas compostas, se estas sofreriam uma polimerização pós-tardia, tendo como consequência maior dureza decorridas 24 horas, e se o diâmetro de suas ponteiros condutoras de luz poderiam intervir nos resultados. Constatou-se que o led de terceira geração (Ultra Lume Led 5) e um dos leds de segunda geração (Radical) apresentaram maior capacidade de polimerização, não havendo diferenças estatisticamente significantes entre ambos. Todavia, outro led de segunda geração, (Elipar Free LightTM 2), apresentou o menor desempenho entre todas as fontes de luz. Já o aparelho de luz halógena

(Ultralux) demonstrou superioridade apenas em relação ao citado led.

Observou-se, neste estudo, que a resina composta de tecnologia nano comportou-se similarmente à resina microhíbrida Vit-I-escenceTM, que, entre os compósitos dessa classificação, apresentou o melhor desempenho. Também como no capítulo anterior, uma das resinas microhíbridas proporcionou a menor dureza, tanto no topo como na base, em quaisquer dos tempos testados, independente da fonte polimerizadora, o que vem corroborar os comentários daquele capítulo referentes à durabilidade clínica das restaurações efetuadas com esse produto. Quanto ao período, as médias de dureza de todas as resinas aumentaram significativamente no topo, após 24 horas. Já, em relação à base, apenas uma resina microhíbrida (Vit-I-escenceTM) e a de nanopartículas, tiveram aumento significativo. Quanto às dimensões das ponteiros condutoras de luz, não houve interferência das mesmas, o que contradiz os achados de Nitta et al⁴²(2005).

Para avaliar o grau de conversão das resinas (estudo referente ao terceiro capítulo) que foram polimerizadas pelos mesmos dispositivos referidos no Capítulo 2, porém utilizando-se corpos-de-prova distintos que foram armazenados por 24 horas, fez-se uso de um espectrofotômetro infravermelho transformada de Fourier (FT-IR). Este método é utilizado^{6,28,36,58,60,74} para análise da taxa de conversão por apresentar alta sensibilidade ao mensurar a conversão dos materiais

resinosos. Neste estudo utilizou-se o espectrofotômetro BOMEM MB-102 FT-IR, equipado com detector TGS na faixa de 4000-3000 cm^{-1} .

A espectroscopia Infra-vermelha é baseada no fato de que as moléculas absorvem radiação eletromagnética na região IR. Essas, relacionam-se à presença de grupos funcionais individualmente que causam bandas de absorção em áreas definidas do espectro.

A hipótese se haveria diferenças no grau de conversão de resinas compostas microhíbridas e nanoparticuladas polimerizadas por distintas fontes de luz foi aceita, uma vez que se constatou diferentes interações entre os compósitos e os dispositivos polimerizadores. Paradoxalmente, a dureza da resina nanoparticulada (Filtek™ Z350) havia apresentado bons resultados nas investigações referentes aos capítulos 1 e 2, mas, nesta pesquisa, verificou-se menor grau de conversão (GC%) do referido compósito em relação às resinas compostas microhíbridas, independente da fonte de luz polimerizadora. Esse resultado contradiz vários autores^{13,21,24,37}, que fazem correlação dessa propriedade com a conversão de monômeros em polímeros. A possível explicação para esse desempenho é que as nanopartículas de sílica não-aglomeradas com tamanho médio de 20 nm podem causar um efeito de espalhamento da luz. Conforme a luz passa pelo incremento do material, sua intensidade de luz é reduzida principalmente nas camadas mais profundas⁵⁹. Essa possibilidade alerta para o percentual de monômeros residuais e de radicais livres, já que a luz leva mais tempo para penetrar e curar de

forma mais adequada a base do incremento. Desta forma, é possível que, dependendo da espessura do remanescente dentinário, aconteçam respostas pulpares adversas. Essa preocupação procede, uma vez que, justamente a parte inferior dos incrementos, onde a polimerização é menos eficaz, encontra-se mais próxima ao órgão pulpar.

Entre os outros compósitos, houve uma correspondência dos resultados observados no Capítulo 3 (grau de conversão) e os apresentados no Capítulo 2 (propriedade de dureza), visto que o melhor desempenho foi da resina Vit-I-escenceTM, e o menor, do compósito Opallis também microhíbrido, independente da fonte de luz.

Há que se lembrar que a ligação C=C é de alta energia e relativamente instável, de forma que ela reage facilmente com outras moléculas. Todavia, o mecanismo de formação de radical livre no polímero varia de acordo com o sistema de fotoiniciador usado⁴⁵. Cada vez que a ligação dupla C=C é quebrada e convertida em ligação C-C, o calor é envolvido, portanto, a cura dos materiais resinosos é de natureza exotérmica^{18,19,58}. Assim, a utilização de mecanismos de cura que não intensifiquem o aquecimento colabora para que as agressões às estruturas dentárias sejam minimizadas.

As resinas compostas com tonalidades mais escuras demoram mais para atingir o pico de polimerização. Sua cura ocorre mais lentamente, uma vez que a luz não consegue penetrar nas tonalidades escuras de forma tão fácil quanto as mais claras. Ademais, diferentes

tipos e conteúdos de pigmentos controlam a transmissão do espectro de cada tonalidade⁵⁵. Assim, os compósitos de tons mais claros iniciam a polimerização de uma forma melhor. Como neste estudo, foi estabelecido um padrão (A2 dentina), não se pode atribuir os resultados à diferença na transmissão de luz entre tonalidades claras e escuras. Porém, deve-se lembrar que não há uma correspondência de cor entre distintas resinas compostas. Todavia, existem diferenças estruturais entre os materiais que fizeram parte destas investigações, que possivelmente contribuíram para as diversas respostas obtidas. Como ressaltado por Felix et al²² (2006), resinas compostas oriundas de diversos fabricantes respondem diferentemente para cada lâmpada polimerizadora.

Entretanto, essas dessemelhanças também podem estar relacionadas com as distintas densidades de potencia dos dispositivos que fizeram parte desta pesquisa: Ultra Lume Led 5 (800 mW/cm²), Raddi-Cal (970 mW/cm²), Elipar Free Light™ 2 (980 mW/cm²) e o aparelho de luz halógena com a ponta semiorientada que proporcionou 426 mW/cm².

Como mencionado anteriormente, há uma preocupação das empresas em equipar as unidades de luz com voltagem adequada. Contudo, deve-se recordar que aparelhos oriundos de outros países podem não ser totalmente compatíveis com o padrão elétrico brasileiro. Ademais, diferenças elétricas regionais existem neste país-continente, o que possibilita comportamentos desiguais de aparelhos

elétricos/eletrônicos. Um dos leds utilizados neste estudo deixou de ser comercializado em diversos países, em razão do exposto acima. A referida casa industrial⁷¹ optou em substituí-lo por outro dispositivo, com tecnologia mais avançada e que seja capaz de resistir às diferenças dos padrões elétricos antes citados. Reporta-se assim, ao mencionado por Rueggeberg et al⁵⁸ que os esforços da tecnologia led estão focados na potência de diodos com alta energia⁵⁸.

Entre as unidades fotoativadoras que participaram destas averiguações, não foi possível estabelecer uma ordem conforme as médias dos graus de conversão das resinas compostas. Todavia, neste estudo, o led de segunda geração Radium-Cal proporcionou sempre a menor conversão. Apesar da sua densidade de potencia ser considerada alta (970 mW/cm^2) nesta investigação se mostrou intermediária entre os outros leds, ainda que sua ponteira condutora de luz tenha o menor diâmetro em relação aos dispositivos avaliados.

Mais uma vez depara-se com uma contradição, já que esse mesmo dispositivo, como se vê no segundo capítulo, apresentou a melhor performance. Assim, torna-se evidente a necessidade de novas investigações que busquem elucidar a causa desses resultados conflitantes. Ressalte-se, porém, que, para todas as pesquisas aqui apresentadas, foram construídos novos corpos-de-prova, não havendo, portanto, uma relação direta entre dureza de superfície e grau de conversão.

Entre as outras fontes de luz não se distinguem diferenças acentuadas, embora o led de terceira geração tenha demonstrado maior capacidade de transformar monômeros em polímeros. Essa fonte de luz apresentou um comportamento coerente, pois, tanto no estudo de grau de conversão como no de dureza superficial, seus resultados não foram contraditórios, apresentando sempre um bom desempenho.

Em face das evidências obtidas e aqui apresentadas, fica explícita a importância de estudos laboratoriais e de como seus resultados podem colaborar para que os profissionais entendam a importância dessas investigações. Contudo, extrapolar resultados de pesquisas científicas requer muito cuidado, embora todo estudo deva ser conduzido almejando que o conhecimento produzido possa ser aplicado no exercício profissional, buscando sempre o aprimoramento técnico que resulte em consagração clínica e conseqüente saúde do paciente. Entretanto, esses mesmos estudos, per si, não devem substituir as constatações clínicas, mas sim somar-se a elas para que, assim, a Odontologia possa oferecer cada vez mais possibilidades de restaurações/tratamentos que tenham mais longevidade, com menos agressões às estruturas dentárias. Deste modo, muito mais há que se estudar, pesquisar, buscar novos materiais e procedimentos, sempre calcados em evidências científicas que tornem cada vez mais a Odontologia, uma ciência preocupada com a saúde e o bem-estar,

demonstrando assim que o cirurgião-dentista exerce uma profissão que merece ser respeitada na sociedade e reconhecida por ela.

Para um melhor entendimento dos trabalhos elaborados, optou-se por colocar anexos os materiais e método das pesquisas realizadas e a versão em português dos artigos que foram submetidos a revistas internacionais, referentes aos capítulos 2 e 3, assim como as normas dos periódicos a que foram submetidos.

Estarão anexadas também as médias das aferições individuais dos corpos-de-prova (dureza) referentes ao Capítulo 1. Igualmente, as médias das leituras (dureza) em tempos imediatos e após 24 horas, referentes ao Capítulo 2, assim como os dados individuais de cada corpo-de-prova para o ensaio do grau de conversão.

MATERIAL E MÉTODO

1 - MATERIAL UTILIZADO

Para a execução deste trabalho, foram selecionadas quatro resinas compostas fotopolimerizáveis indicadas para restaurações diretas, sendo três microhíbridas (Vit-I-scence™ - Ultradent®) - Figura 1 -, (Amelogen® Plus - Ultradent®) - Figura 2 -, (Opallis - FGM SC Brasil) - Figura 1 -, e outra de nanopartículas Filtek™ Z 350 (3M ESPE™ Dental Products) - Figura 4 -, todas na cor A2^{4,12,42,50}. Foram submetidas à polimerização por diferentes aparelhos fotoativadores, sendo, como descrito no primeiro capítulo, utilizadas uma fonte de luz halógena (Ultralux Dabi Atlante – Ribeirão Preto SP) e outra à base de leds Ultra Lume Led 2. Para os segundo e terceiros capítulos manteve-se a mesma luz halógena, mas o led foi substituído por outros aparelhos: Ultra Lume Led 5 (Ultradent® South Jordan UTAH USA), Rádi-Cal (SDI Austrália Limited) e Elipar Free Light™ 2 (3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA).



FIGURA 1 – Vit-I-scence™



FIGURA 2 – Amelogen® plus



FIGURA 3 – Opallis

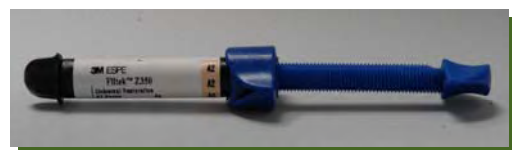


FIGURA 4 – Filtek™ Z350

2 - CARACTERÍSTICAS DAS RESINAS COMPOSTAS

MATERIAL	CLASSIFICAÇÃO	MATRIZ POLIMÉRICA	CARGA	PERCENTUAL DE CARGA	COR	FABRICANTE
Vit-I-escense™	Microhíbrida	Bis-GMA	Vidro de Estrôncio Boro Alumina Silicato com part. de Silício 0,4 – 0,7 µm	58% vol. 75% peso	A ₂	Ultradent®, South Jordan UTAH USA
Amelogen® Plus	Microhíbrida	Bis-GMA	Vidro de Boro Alumina Silicato de Bário 0,4 – 0,7 µm	61% vol. 76% peso	A ₂	Ultradent®, South Jordan UTAH USA
Opallis	Microhíbrida	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Vidro de Bário-Alumino Silicato silanizado Pigmentos e Sílicas Partículas 40 nm a 3,0 µm	57-8% vol. 78,5% a 79% peso	DA ₂	FGM – SC-Brasil
Filtek™ Z350	Nanoparticulada	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Sílica primária (não aglomerado) Tamanho médio de 20nm e aglomerados de zirconia e sílica com partículas entre 5 e 29 nm formando aglomerados de 06 a 1,4µm	84,5% vol. 78,5% peso	A ₂ D	3M ESPE™ Dental Products, St. Paul, MN, USA

3. FONTE DE LUZ HALÓGENA

Aparelho ULTRALUX (Dabi Atlante – Ribeirão Preto - SP) – Figura 5 -, bi-volt, com bip sonoro a cada 10 segundos, lâmpada halógena de 12 VCA, 75W, frequência de 50/60 Hz e consumo de 84VA. Foi utilizado no primeiro estudo com as ponteiros PCO (Ponta comum pintada) e ativa semiorientada (SO) - Figura 6 A e B -, ambas com diâmetro de 8 mm, potência de 440 mW, intensidade de luz de 350 mW/cm² a 500 mW/cm² e comprimento de onda de 400 nm a 500 nm. Para o primeiro trabalho foram usadas a ponteira PCP e a SO. Nos segundo e o terceiro capítulos, utilizou-se apenas a ponteira SO.



FIGURA 5 – Aparelho Ultralux



A



B

FIGURA 6 - A- ponteira comum pintada (PCO)
B- semiorientada (SO)

Quadro 1 – Aparelho de luz halógena utilizado neste estudo e suas principais características.

Aparelho	Intervalo de comprimento de onda	Intensidade	Diâmetro da ponteira	Fabricante
Ultralux	400-500 nm	SO 426 mW//cm ² PCP 310 mW//cm ²	8 mm, circular	Dabi Atlante – Ribeirão Preto – SP- Brasil

4. FONTES DE LUZ À BASE DE LEDS

4.1 - No Capítulo 1, o dispositivo led escolhido foi o Ultra Lume Led 2 (Ultradent® South Jordan UTAH USA) - Figura 7 A -, da segunda geração de leds. Esse aparelho possui ponta ativa oval e dimensões de 10 mm x 13 mm, dois emissores Leds dirigidos - Figura 7 B -, pontas transluminadoras que apresentam múltiplas funções. É bivolt e com espectro de ação entre 410 nm e 490 nm. Esse dispositivo de luz também teve sua irradiância mensurada, apresentando 346 mW/cm².

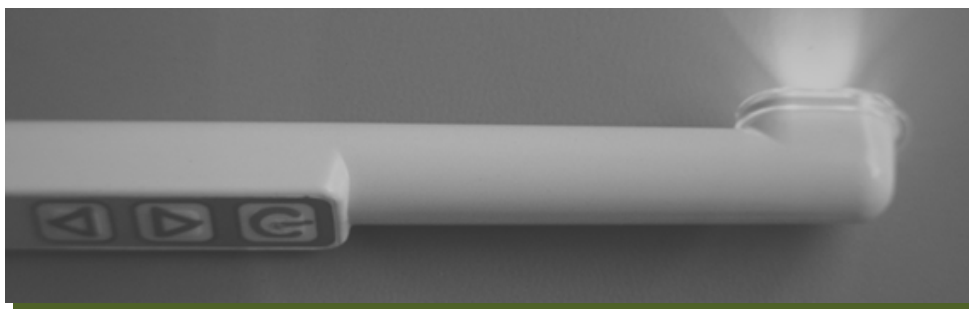


FIGURA 7 A - APARELHO Ultra Lume Led 2



FIGURA 7 B - Detalhe dos dois emissores Leds dirigidos
APARELHO Ultra Lume Led 2

Nos Capítulos 2 e 3, foram utilizados os leds a seguir: Ultra Lume Led 5 (Ultradent® South Jordan UTAH, USA) - Figura 8 A -, pertencente à terceira geração de leds com ponta ativa oval e dimensões de 10mmX13mm,

com cinco emissores de luz - Figura 8 B -, intensidade de luz maior de 800 mW/cm², pontas transiluminadoras que apresentam múltiplas funções. É bi-volt e com espectro de ação entre 380 nm e 500 nm, o que possibilita polimerizar todas as resinas disponíveis no mercado odontológico. Esse dispositivo teve sua irradiância aferida (800 mW/cm²) e foi utilizado também por 40 segundos.



FIGURA 8 A – APARELHO Ultra Lume Led 5

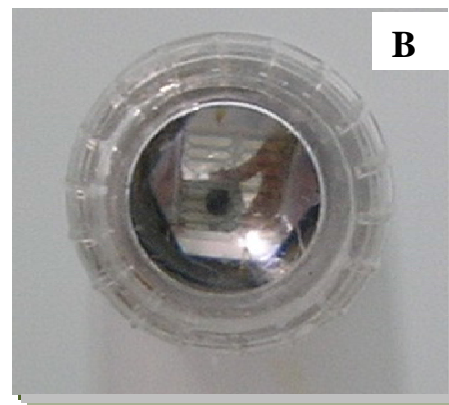
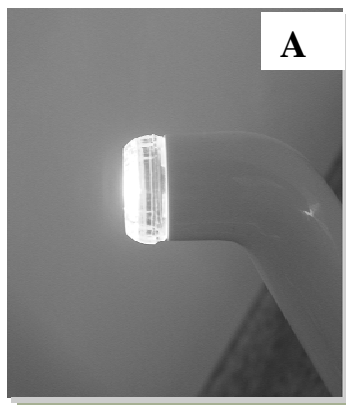


FIGURA 8 B - Detalhe dos cinco emissores Leds
APARELHO Ultra Lume Led 5

4.2- Na Figura 9, é apresentado o dispositivo led Ralii-Cal (SDI Austrália Limited), que possui ponta ativa de 7 mm de diâmetro – Figuras 9 A e B - intensidade de luz de 1.200 mW/cm² e comprimento de onda de 440nm-480nm, com pico na ordem de 460 nm. Embora apresente tempo de ascensão da intensidade de luz em 5 segundos, foi utilizado no modo convencional por 40 segundos.



FIGURA 9- APARELHO LED Rádii-Cal



FIGURAS 9 A e 9 B - Detalhes da ponteira - APARELHO LED Rádii-Cal

4.3- Na Figura 10, pode ser visualizado o led Elipar Free Light™ 2 (3M ESPE), que apresenta ponta ativa circular com 8 mm, intensidade de luz de 1.200 mW/cm^2 e comprimento de onda de 430-480 nm. Possui um acumulador de 4,8 V de níquel de hidreto metálico, podendo ser usado por 20 minutos após ter sido completamente carregado. Pode ser operado nos seguintes ajustes: modo *standard* (intensidade de luz constante) ou exponencial com intensidade luminosa continuamente crescente no período de 5 segundos. Esse aparelho

também foi utilizado no modo convencional pelo tempo de 40 segundos, embora seu fabricante indique que 20 segundos são suficientes para uma polimerização eficiente.



FIGURA 10 – APARELHO LED Elipar Free Ligth™ 2

5- DETERMINAÇÃO DOS VALORES DE LUZ DOS APARELHOS FOTOPOLIMERIZADORES

Para verificar os espectros de emissão dos aparelhos de luz utilizados nesta pesquisa (luz halógena e LEDs), foi empregado um espectrofotômetro fabricado por Ocean Optics, modelo USB 2000, conectado a um computador com Software OBASE 32. O espectrofotômetro possui sensores CCD linear e, sobre ele, foi posicionada a ponta ativa das fontes de luz utilizadas, com o objetivo de registrar os respectivos espectros de emissão.

Para averiguar as potências de emissão dos aparelhos de luz usados nesta pesquisa, utilizou-se um medidor de potência ou *Powermeter Fieldsmaster*, fabricado por Coherent, modelo FM, série 11M96. Este possui uma célula fotossensível e, sobre esta, foi posicionada a ponta ativa das fontes

de luz utilizadas com o objetivo de verificar suas respectivas potências de emissão. Dessa forma foi registrado o pico máximo dos aparelhos.

Todas as fontes de luz empregadas neste estudo tiveram sua irradiância aferida utilizando-se a fórmula: $I = P/A$,

onde: I = Irradiância ou densidade de potência

P = Potência

A = Área

sendo a potência determinada por mW e a área por cm^2 .

Quadro 2 – Aparelhos tipo leds utilizados neste estudo e suas principais características.

Aparelho	Nº de LEDs	Intervalo de comprimento de onda	Intensidade	Diâmetro da ponteira	Fabricante
Ultra Lume Led 2	02	410-490 nm	346 mW/cm^2	10mm X 13mm, oval	Ultradent® South Jordan UTAH USA
Ultra Lume Led 5	05	370-500nm	800 mW/cm^2	10 mm X 13 mm, oval	Ultradent® South Jordan UTAH USA
Radii-Cal	01	440-480nm	970 mW/cm^2	7 mm, circular	SDI Dental Product SDI, Bayswater, Vitoria, Australia
Elipar Free Light™ 2	01	430-480nm	980 mW/cm^2	8 mm, circular	3M ESPE™ Dental Products, St. Paul, MN, USA

6- MÉTODO

6.1 – TESTE DE DUREZA

6.1.1- CONFECÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA MEDIDA DE DUREZA

Para a obtenção dos corpos-de-prova, foi empregado um dispositivo que se constitui de uma matriz circular de alumínio (anel), com

diâmetro externo de 2,5 cm, apresentando uma perfuração central de 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (ISO 4049) - Figura 11 A, onde foi inserida a resina composta (Figura 11 B).



FIGURA 11- A - matriz circular de alumínio com perfuração central
B - resina composta para obtenção do corpo-de-prova

Sobre uma placa de vidro transparente, uma tira de poliéster foi posicionada e, sobre esta, foi colocado o anel circular de alumínio. Em seguida, com o auxílio de uma espátula CIGFTMIN 3 (Oraltech – SP – Brasil), colocou-se a resina composta em um único incremento⁶⁹, na perfuração interna do anel que serviu como matriz. Após a inserção do incremento, outra tira de poliéster foi posicionada sobre a resina composta^{6,48} e, sobre esta, uma lamínula de vidro foi ligeiramente pressionada, o suficiente para se obter lisura superficial do corpo-de-prova e escoar o material excedente^{12,50}. A seguir removeu-se a placa de vidro e, em seguida, posicionou-se outra, também transparente, com 2 mm de espessura, e que possui uma abertura central correspondente ao diâmetro da ponteira condutora de luz do aparelho fotopolimerizador. Para essa etapa, utilizou-se três placas de acordo com a dimensão das referidas ponteira.

Essa abertura foi cuidadosamente centralizada sobre a resina composta que havia sido inserida na matriz de alumínio. Assim, uma distância padronizada de 2 mm foi obtida a partir da fonte de luz até a superfície superior da resina composta. Observou-se o tempo de polimerização de 40 segundos^{6,48,53} para todos os aparelhos e compósitos, independente da indicação de seus fabricantes, a uma distância de 2 mm da superfície. Pretendeu-se, dessa forma, reproduzir situações mais próximas da realidade, uma vez que, clinicamente, o uso de fontes de luz dificilmente ocorre em condição menor que essa distância.

A cada fotoativação, os corpos-de-prova eram identificados, mantidos na matriz metálica e armazenados em recipientes à prova de luz (Figura 12) até o momento de sua utilização para os respectivos ensaios.



FIGURA 12 - Frascos escuros para armazenamento individual dos corpos-de-prova

No primeiro estudo, os corpos-de-prova foram submetidos ao teste de dureza superficial logo após a polimerização. Cada anel foi colocado no interior de uma segunda peça de alumínio, circular, com diâmetro interno de 2,6 cm e altura externa de 3 cm (Figura 13), que foi confeccionada para servir

de suporte aos mesmos. Esse conjunto foi levado ao aparelho MMTT-3 Microhardness Tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA) equipado com diamante Vickers (VHN) - Figura 14 -. Cada corpo-de-prova, posicionado firmemente foi dividido em quadrantes, sendo realizada uma indentação por quadrante sob carga de 50 gramas por um tempo de 30 segundos^{25,26,48}. Conseqüentemente realizaram-se quatro impressões no topo e quatro na base, totalizando oito impressões por corpo-de-prova.

Os resultados obtidos das medidas de dureza foram inicialmente determinados em micrometros, sendo, em seguida, transformados em valores de dureza Vickers (VHN) diretamente pelo referido aparelho. A seguir, calculou-se as médias de dureza para cada superfície analisada, sendo a Dureza 1 referente à leitura realizada na superfície que esteve diretamente exposta à fonte de luz e a Dureza 2 concernente à superfície oposta.

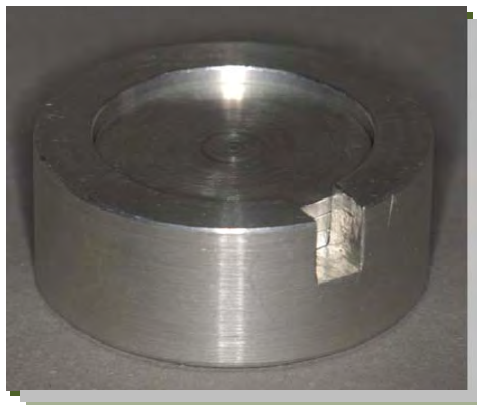
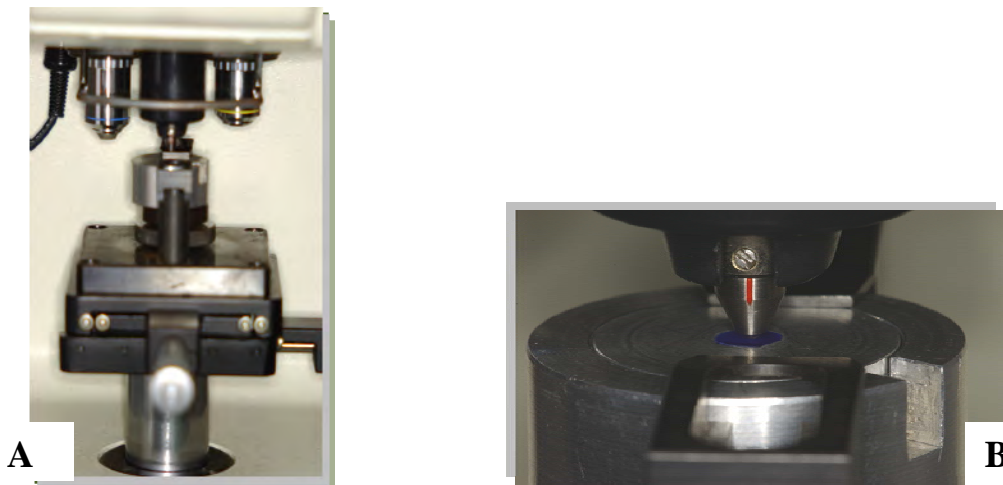


FIGURA 13 - Peça de alumínio circular para inserção da matriz metálica



FIGURA 14 - Aparelho MMTT-3 Microhardness Tester (Buehler Lake Bluff, Illinois USA)



FIGURAS 15 A e 15 B- Conjunto de suporte e apoio para aferição da dureza superficial das resinas compostas com diamante Vickers

Para o segundo experimento, foram confeccionados novos corpos-de-prova da mesma forma descrita anteriormente. Nesta investigação, foram realizadas as medidas de dureza imediatamente após a polimerização, como narrado para a primeira investigação e aferidas em tempo imediato. Em

seguida, as amostras mantidas na matriz metálica foram armazenadas a seco, em frasco escuro, à temperatura ambiente, e, decorridas 24 horas, os mesmos corpos de prova foram novamente aferidos no aparelho microdurômetro, da mesma forma que no dia anterior. A seguir, os dados obtidos foram encaminhados para análise estatística

6.2 – GRAU DE CONVERSÃO POR FT-IR

6.2.1- CONFECÇÃO DOS CORPOS-DE-PROVA PARA REALIZAÇÃO DO GRAU DE CONVERSÃO POR FT-IR

Para a terceira pesquisa, que investigou o grau de conversão por FT-IR, a obtenção de novos corpos-de-prova foi efetuada como relatado anteriormente. Foram armazenados a seco em frasco de cor escura e, passado 24 horas¹⁷, os referidos corpos-de-prova, individualizados, foram triturados em uma prensa sob o peso de uma tonelada. Em seguida, com as partículas obtidas, realizou-se uma segunda trituração mecânica, esta de forma manual, em graal de ágata com pistilo do mesmo material (Figura 16 A) até a obtenção de um pó finíssimo de resina, que foi armazenado em frasco *ependorf* (Figura 16 B).

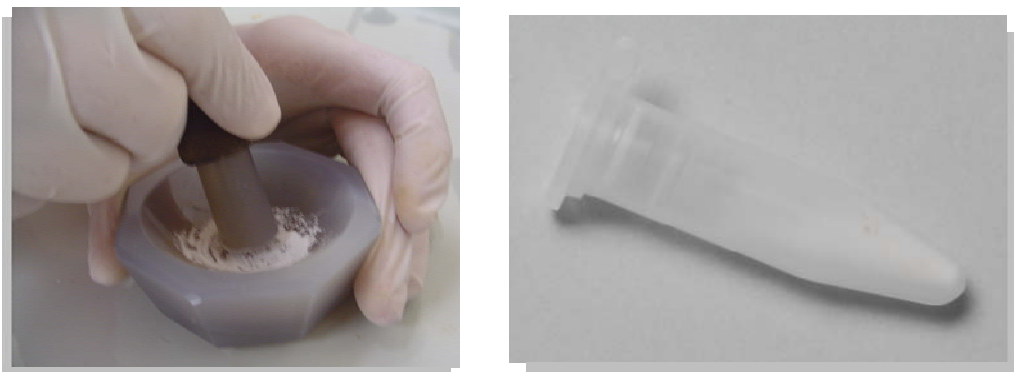


FIGURA 16 – A - Trituração da resina composta em graal com pistilo de ágata
B – Pó triturado de resina armazenado em frasco *ependorf*

A seguir, em balança de precisão (Mettler Toledo – número de série: AB 204), foram pesados 5 mg do pó da resina composta, que em seguida foram misturados à substância translúcida - brometo de potássio (KBr - Merk) - na proporção de 100 mg. Ambos, pó de resina e KBr, foram colocados no graal com pistilo de ágata e novamente submetidos à trituração até obter-se uma mistura homogênea.

O pó mesclado foi depositado no pastilhador metálico (Figura 17), sendo levado à prensa sob peso de 10 toneladas durante 1 minuto para a obtenção de uma pastilha⁵⁴ para avaliação em espectrofotômetro de infravermelho. Decorrido esse tempo, esta foi removida cuidadosamente e armazenada em um frasco de cor preta contendo, na sua parte inferior, grãos de sílica (Figura 18). Usou-se a sílica para evitar que qualquer umidade interferisse até o momento da pastilha ser levada para leitura no espectrofotômetro de infravermelho Ferrier (FT-IR). Como parâmetro para analisar o grau de conversão, confeccionou-se mais 5 corpos-de-prova de cada resina não curada, triturando-se uma pequena porção dos referidos compósitos com 100 mg de KBr, totalizando 20 unidades de pastilhas de resinas não polimerizadas. Ao final do experimento, foram confeccionadas 100 pastilhas, que foram submetidas ao FT-IR para a obtenção dos espectros na região do infravermelho.

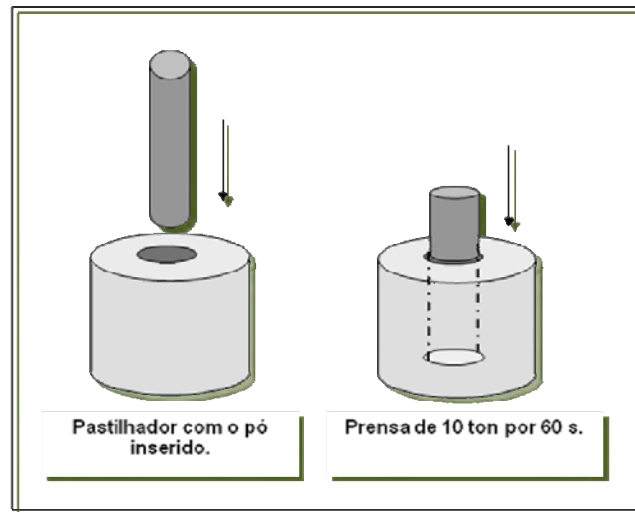


FIGURA 17 – Desenho esquemático do pastilhador metálico e do momento da prensão

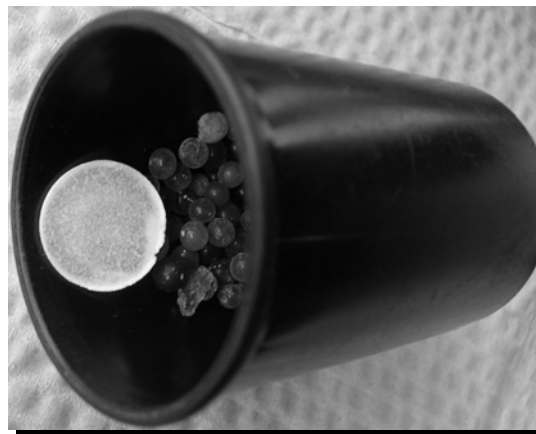


FIGURA 18 – Pastilha de resina composta e KBr armazenada em frasco contendo sílica.

6.2.2- GRAU DE CONVERSÃO POR FT-IR:

Para a obtenção dos espectros na região do infravermelho (FT-IR), visando a análise do grau de conversão, foi empregado o espectrofotômetro NEXUX FT-IR (Figura 19), equipado com detector TGS na faixa de $4000\text{--}300\text{cm}^{-1}$, utilizando acessório de refletância difusa operando com

32 scans, com resolução de 4 cm^{-1} , acoplado a microcomputador servidor. Os espectros foram obtidos pela técnica de transmissão usando-se as pastilhas prensadas com KBr dos corpos-de-prova moídos, observando-se os picos de absorbância.

A espectroscopia IR é baseado no fato de que as moléculas absorvem radiação eletromagnética na região IR. Essas moléculas reacionais estão relacionadas à presença de grupos funcionais individuais que causam bandas de absorção em áreas definidas do espectro⁷⁴.

Após a obtenção dos picos de absorbância, o percentual de duplas ligações carbônicas não convertidas (%C=C) foi determinado pela taxa de intensidade de absorção entre ligações C=C em 1.638cm^{-1} e ligações C-C em 1.608 cm^{-1} , antes e após a polimerização. O grau de conversão (GC) correspondente foi calculado pela subtração da taxa de 100%.

$$\text{Grau de conversão} = 100\% - (\% \text{ C=C})$$
$$(\%)GC = \frac{1 - (1638\text{ cm}^{-1}/1608\text{ cm}^{-1})_{\text{polimerizado}}}{(1638\text{ cm}^{-1}/1608\text{ cm}^{-1})_{\text{não polimerizado}}} \times 100$$

Os resultados obtidos foram processados no programa Origin7.5.



FIGURA 19 – Espectrofotômetro Nexus FT-IR

1. Dados para análise (médias das quatro medidas nas amostras) Cap 1

	Luz	Resina	Topo	Base	Topo-Base
1	UltraLume Led 2	Opallis	32,3	17,3	15,1
2		Opallis	32,9	21,6	11,3
3		Opallis	22,2	15,9	6,3
4		Opallis	23,7	15,1	8,7
5		Opallis	26,8	14,0	12,8
6	UltraLume Led 2	Filtek™Z 350	47,2	48,3	-1,2
7		Filtek™Z 350	47,8	38,1	9,8
8		Filtek™Z 350	42,7	37,2	5,5
9		Filtek™Z 350	48,3	38,6	9,7
10		Filtek™Z 350	61,3	40,1	21,2
11	UltraLume Led 2	Amelogen® Plus	39,8	39,3	0,6
12		Amelogen® Plus	42,3	38,1	4,2
13		Amelogen® Plus	33,4	20,0	13,5
14		Amelogen® Plus	44,3	40,1	4,2
15		Amelogen® Plus	44,4	39,9	4,5
16	UltraLume Led 2	Vit-I-escence™	51,5	41,5	10,0
17		Vit-I-escence™	52,6	43,9	8,6
18		Vit-I-escence™	55,7	42,8	12,9
19		Vit-I-escence™	44,9	38,7	6,2
20		Vit-I-escence™	51,2	39,7	11,5
21	Ultralux SO	Opallis	31,7	37,2	-5,5
22		Opallis	35,7	41,1	-5,4
23		Opallis	41,0	46,1	-5,1
24		Opallis	33,4	38,3	-4,9
25		Opallis	34,6	36,8	-2,3
26	Ultralux SO	Filtek™Z 350	37,1	42,2	-5,2
27		Filtek™Z 350	35,1	36,9	-1,8
28		Filtek™Z 350	44,4	42,2	2,2
29		Filtek™Z 350	34,1	30,5	3,6
30		Filtek™Z 350	48,6	39,4	9,3
31	Ultralux SO	Amelogen® Plus	44,5	42,9	1,6
32		Amelogen® Plus	47,8	45,2	2,5
33		Amelogen® Plus	45,3	45,1	0,2
34		Amelogen® Plus	43,3	39,7	3,6
35		Amelogen® Plus	41,9	34,3	7,6
36	Ultralux SO	Vit-I-escence™	45,8	46,8	-1,0
37		Vit-I-escence™	48,3	35,6	12,7
38		Vit-I-escence™	37,4	42,1	-4,8
39		Vit-I-escence™	51,3	55,9	-4,6
40		Vit-I-escence™	49,8	45,1	4,6

2. Dados para análise (médias das quatro medidas nas amostras) Cap 1

	Luz	Resina	Topo	Base	Topo-Base
41	Ultralux PCP	Opallis	33,1	24,9	8,2
42		Opallis	33,9	36,8	-3,0
43		Opallis	30,5	25,6	4,9
44		Opallis	31,0	34,3	-3,3
45		Opallis	34,7	42,2	-7,5
46	Ultralux PCP	Filtek™Z 350	40,9	28,0	12,9
47		Filtek™Z 350	34,3	26,1	8,2
48		Filtek™Z 350	42,1	28,4	13,7
49		Filtek™Z 350	38,2	31,5	6,7
50		Filtek™Z 350	46,6	36,7	9,9
51	Ultralux PCP	Amelogen® Plus	44,7	37,9	6,8
52		Amelogen® Plus	37,9	28,3	9,6
53		Amelogen® Plus	40,2	32,9	7,3
54		Amelogen® Plus	45,1	38,1	7,0
55		Amelogen® Plus	48,7	43,6	5,2
56	Ultralux PCP	Vit-I-escence™	53,4	31,5	21,9
57		Vit-I-escence™	52,8	37,6	15,2
58		Vit-I-escence™	46,7	40,1	6,6
59		Vit-I-escence™	53,5	31,8	21,8
60		Vit-I-escence™	51,9	39,1	12,7

ANEXO D

O efeito dos aparelhos de fotopolimerização e do tempo sobre a microdureza das resinas compostas

Benícia Carolina Iaskiewicz Ribeiro CD e Ms, **Juliana Maria Capelozza Boaventura**, CD e MS, **Renato de Souza Queiroz**, CD e MS, **Renato Miotto Palo**, CD, Ms e Dr, **Cornelis H. Pameijer**, Ms e PhD, **José Roberto Cury Saad**, CD, Ms e Dr.

Correspondência para autor, **Faculdade de Odontologia de Araraquara, Departamento de Desnéstica Restauradora, Rua Humaitá 1680, Araraquara, SP, 14801- 903, Brasil.**

*e-mail: becarol.odonto@uol.com.br

O efeito dos aparelhos de fotopolimerização e do tempo sobre a microdureza das resinas compostas

Resumo: **Objetivo:** A microdureza Vickers de resinas compostas de nanopartículas e microhíbridas foi medida utilizando-se várias fontes de luz em modo contínuo. **Método:** Dezesesseis grupos, cada um composto de cinco amostras ($n = 5$) foram confeccionados em um molde metálico (4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura - ISO 4049). As seguintes resinas compostas foram testadas após 40 segundos de exposição: Filtek™ Z350, Amelogen® Plus, Vit-I-escence™ e Opallis. Para a fotopolimerização, os seguintes dispositivos LED foram utilizados: Raddi-Cal, Elipar Free Light™ 2, Ultra Lume Led 5, enquanto a luz halógena Ultralux (QTH) foi usada para o grupo controle. Um teste de microdureza Vickers foi realizado na superfície superior e na inferior imediatamente após a polimerização e decorridas 24 horas. Uma análise da variância a três critérios para determinar a significância estatística foi realizada para análise do efeito de luz, da resina composta e do tempo de exposição. **Resultados:** A microdureza das superfícies de topo e base, com base nas unidades de fotopolimerização, ficou assim estabelecida: Ultra Lume Led 5 > Raddi-Cal > Ultralux > Elipar Free Light™ 2 ($p < 0,05$). Além disso, a média de microdureza na superfície superior aumentou significativamente após 24 horas para todas as amostras. Por outro lado, após 24 horas, a superfície inferior mostrou um aumento na microdureza média apenas para Vit-I-escence™ e Filtek™ Z350, independentemente do aparelho fotopolimerizador. Considerando o fator resinas compostas, a microdureza da menor para maior foi: Opallis < Amelogen® Plus < Vit-I-escence™ < Filtek™ Z350, independentemente do tempo de aferição. A resina de nanopartículas (Filtek™ Z350) apresentou maior dureza em ambas as superfícies, superior e inferior, enquanto a microhíbrida Opallis teve os valores mais baixos, ambas independentemente do fator tempo.

SIGNIFICADO CLÍNICO: O teste de microdureza permite determinar a eficácia de aparelhos fotopolimerizadores analisando a dureza das resinas compostas e, assim, indiretamente, determinar o grau de conversão, que está associado à longevidade clínica de restaurações de resinas compostas.

Introdução

O estágio em que se encontra a odontologia adesiva estética no limiar deste século XXI é um reflexo das descobertas e dos avanços tecnológicos. Essas inovações, indubitavelmente, têm melhorado as técnicas restauradoras e a satisfação do paciente, em particular com o uso de resinas compostas.

Diversos fatores podem interferir na polimerização de resinas compostas, tais como: composição e cor, intensidade de luz e comprimento de onda das fontes de energia.¹ Portanto, novos materiais necessitam oferecer melhores propriedades físicas, mecânicas e biológicas, e as técnicas restauradoras devem ser empregadas em detalhes, com o intuito de possibilitar ao cirurgião-dentista a oportunidade de oferecer aos seus pacientes restaurações que tenham maior longevidade.

Os aparelhos de polimerização atuais são, inegavelmente, fatores fundamentais no processo de polimerização de resinas, e os fabricantes oferecem inúmeros dispositivos com diferentes opções. É impossível negar a importância das lâmpadas halógenas que foram usadas por quase três décadas na Odontologia, estando suas limitações bem documentadas na literatura pertinente.²⁻⁴ Com o advento da tecnologia LED, novas perspectivas surgiram para a utilização de luzes na Odontologia.^{5,6} O diodo emissor de luz azul (LED) tem a vantagem de possuir uma faixa espectral mais estreita que o quartzo-tungstênio-halogêneo (luz QTH) e uma melhor associação entre a luz emitida e a absorção do fotoiniciador canforoquinona.⁷⁻¹⁰

Em geral, as resinas compostas híbridas e microhíbridas foram exaustivamente investigadas^{3,11-20} em relação às suas propriedades físicas e mecânicas, mas as diferenças entre elas em sua fase orgânica, bem como na fase inorgânica, fazem com que até os compósitos produzidos pelo mesmo fabricante apresentem comportamentos diferentes. Relevante também é o estudo das resinas de nanopartículas, pois estas

apresentam características peculiares, especialmente relacionadas com a carga, embora a sua indicação seja semelhante à das microhíbridas. Também, o desempenho das resinas compostas quando expostas à luz à base de LEDs, de segunda e terceira gerações, ainda deve ser analisado tendo como parâmetro a luz halógena. Assim, o objetivo desse trabalho foi averiguar a microdureza de resinas compostas microhíbridas e nanoparticulada quando submetidas à polimerização por distintas fontes de energia e seus potenciais de cura, em tempo imediato e após 24 horas.

Materiais e Método

Para este experimento, foram selecionadas uma resina de nanopartículas (Filtek™ Z350^a) e três resinas microhíbridas (Amelogen® Plus^b, Vit-I-escence™^b e Opallis^c), na cor A2 (Tabela1).

Dois leds da segunda geração, Ralii-Cal e Elipar Free Light™ 2, e um da terceira geração, Ultra Lume Led 5^b, foram utilizados neste estudo, enquanto uma lâmpada halógena Ultralux^c serviu como controle. Todas as luzes foram usadas no modo convencional de 40 segundos. O aparelho de luz halógena possui ponta ativa (de vidro) com 8 mm de diâmetro, 440 mW de potência, intensidade de luz de 426 mW/cm² e comprimento de onda de 400 nm a 500 nm.

Todos os dispositivos tiveram sua irradiância aferida antes da confecção dos corpos-de-prova por um medidor de potência, ou Powermeter Fieldsmaster, fabricado por Coherent, modelo FM, série 11M96. Para tanto, foi usada a fórmula: $I = P/A$ onde I = Irradiância ou densidade de potência, P = Potência e A = Área, sendo a potência determinada por mW e a área por cm². A Tabela 2 mostra os dispositivos de LED utilizados neste estudo e suas principais características.

Os espectros de emissão para os dispositivos utilizados neste estudo são mostrados na Figura 1.

Um molde de alumínio circular, com 4 mm de diâmetro, 2 mm de espessura e uma abertura de 2 milímetros no centro, foi usado para fabricar as amostras do ensaio segundo a norma ISO 4049.

Uma matriz circular de alumínio foi colocada centralmente sobre uma matriz de poliéster posicionada sobre uma placa de vidro. As resinas compostas foram inseridas com uma espátula 3f CIGFTMIN em um incremento. A resina composta foi então coberta pela matriz de poliéster. A fim de criar uma superfície plana e deslocar o material excedente, uma placa de vidro foi posicionada sobre a abertura^{15,19,21}.. A placa de vidro foi então removida, deixando-se a matriz de poliéster no lugar.

Na sequência, foram colocados sobre o anel metálico contendo a resina dispositivos de vidros transparentes, com espessura de 2 mm, também perfurados em sua parte central de acordo com o diâmetro da ponta guia de cada aparelho de luz a ser utilizado. Assim, uma distância padronizada de 2 mm foi obtida a partir da fonte de luz até a superfície superior da resina composta. A polimerização das amostras foi então concluída. Após a fotoativação dos corpos-de-prova, estes foram mantidos na matriz de metal e armazenados a seco em recipientes protegidos da luz. Dessa forma, foram confeccionados cinco corpos-de-prova (n=5) de cada resina composta para cada um dos dispositivos fotopolimerizadores; portanto, 20 amostras para cada resina composta, totalizando 80 corpos-de-provas para todo o experimento.

Cada amostra foi dividida em quatro quadrantes, e um teste de microdureza foi realizado utilizando-se o MMTT-3 Microdureza Tester. Foi realizada uma impressão por quadrante com uma carga de 50 gramas por 30 segundos.²² Realizaram-se quatro impressões na superfície do corpo-de-prova que esteve diretamente exposta à fonte de

luz (dureza 1) e quatro na face oposta à fonte de luz (dureza 2). Esses valores foram determinados em micrometros e imediatamente transpostos para o número de dureza Vickers (VHN). Na sequência, os referidos corpos-de-prova, devidamente identificados, foram armazenados a seco, em um frasco preto, com tampa, por 24 horas em temperatura ambiente. Decorrido esse período, os mesmos corpos-de-prova foram novamente aferidos no aparelho microdurômetro, da mesma forma que no dia anterior, totalizando 1.280 leituras durante este experimento.

Análise estatística - A dureza Vickers na superfície superior e na inferior das amostras de resina composta foi analisada empregando-se uma análise com três fatores de variação: luz, resina composta e medição do tempo (fator de medidas repetidas). Essa análise foi complementada por múltiplas comparações das médias de dureza pelo teste de Tukey. Foi obtida uma média das quatro leituras de cada amostra, a qual foi considerada a dureza representativa dessa superfície. Um fator de significância de $p = 5$ foi escolhido.

Resultados

As médias de dureza Vickers e desvios padrão para as superfícies superior e inferior, para todos os grupos, constam da Tabela 3.

As médias de dureza para superfícies superior e inferior são mostradas nas Figuras 2 e 3 respectivamente.

A aplicação do teste de Tukey no nível de significância de 5% permitiu estabelecer as relações abaixo, com relação às médias de dureza superior e inferior da superfície, imediatamente após a fotoativação, bem como após 24 horas.

Topo: Luz: Elipar Free Light™ 2 < Ultralux < Radium-Cal = Ultra Lume Led 5
(Médias aumentam significativamente após 24h)

Resina: Opallis < Amelogen Plus < Vit-I-escence™ = Filtek™ Z350
(Médias aumentam significativamente após 24h)

Base: Luz: Elipar Free Light™ 2 = Ultralux < Radium-Cal = Ultra Lume Led 5
(Somente média do Elipar Free Light™ 2 aumenta após 24h)

Resina: Opallis < Amelogen Plus < Vit-I-escence™ = Filtek™ Z350
(Somente médias da Vit-I-escence™ e da Filtek™ Z 350 aumentam após 24h)

Com relação à microdureza Vickers, correlacionados com a luz que foi usada, a seguinte sequência pôde ser estabelecida: Elipar Free Light™ 2 ≤ Ultralux = Radium-Cal < Ultra-Lume Led 5.

Com relação à dureza de resinas compostas, a sequência foi: Opallis ≤ Amelogen® Plus ≤ Vit-I-escence™ ≤ Filtek™ Z350, independentemente do momento da medição. A dureza da superfície superior aumentou após 24 horas, quando se considera apenas o efeito da resina ou o efeito da luz. Mas em relação à dureza da superfície de fundo, apenas com o uso do Elipar Free™ Light 2 aumentou a dureza para Vit-I-escence™ e Filtek™ Z350. As outras medições permaneceram sem mudanças após 24 horas.

Considerando os efeitos da luz e da resina separadamente para os dois pontos de tempo de medição, a relação percentual entre a dureza da superfície e do fundo, a aplicação do teste de Tukey no nível de significância predeterminado resultou no seguinte resultado em relação à dureza:

Imediatamente após a fotoativação –

Ultralux < Ultra Lume Led 5 = Radium-Cal = Elipar Free Light™ 2

Amelogen® Plus = Vit-I-escence™ e ≤ Opallis = Filtek™ Z350

24 horas após a fotoativação –

Ultralux <Ultra Lume Led 5 = Raddi-Cal = Elipar Free Light™ 2

Amelogen® Plus = Vit-l-escence™ ≤ Opallis = Filtek™ Z350

Com relação à proporção das médias da microdureza Vickers da superfície do fundo e do topo para as luzes de fotoativação, poderia ser estabelecido que: Ultralux <Ultra Lume Led 5 = Raddi-Cal = Elipar Free Light™ 2, e para as resinas: Amelogen® Plus = Vit-l-escence™ ≤ Opallis = Filtek™ Z350, independentemente do período de medição.

Discussão

Com o advento de novas resinas compostas e de dispositivos fotopolimerizadores, estudos são necessários para analisar a interação dos mesmos e sua influência sobre as propriedades físicas, mecânicas e biológicas dos compósitos¹⁹. A dureza superficial das resinas compostas é fundamental para auxiliar o entendimento do comportamento mecânico dos compósitos sob condições clínicas¹⁹. De forma indireta, essa propriedade tem sido utilizada para avaliar a capacidade de os aparelhos de luz de converter monômeros em polímeros^{3, 23}, o que frequentemente é correlacionado com o grau de conversão²⁴. Dessa forma, ajuda a entender seu comportamento mecânico sob condições clínicas¹⁹, o que, em última instância, pode influenciar na determinação do sucesso final da restauração²⁵, pois materiais bem polimerizados proporcionam boas restaurações¹⁷.

Buscando estudar o comportamento de diferentes resinas compostas quanto à propriedade de dureza, foi escolhida a cor A2^{1, 14, 19, 21} a fim de evitar que a presença de distintos tipos e conteúdos de pigmentos pudesse interferir na transmissão do espectro de luz^{1, 11}.

Briso et al.² consideraram a seleção de uma unidade de polimerização como um passo importante na condução de estudos clínicos com resinas compostas. Assim, foram utilizados neste estudo uma luz halógena, dois LEDs de segunda geração (Elipar Free Light™ 2 e Radium-Cal) e um da terceira geração (Ultra Lume Led 5).

Todas as resinas compostas foram polimerizadas por 40 segundos e submetidas aos testes de microdureza Vickers imediatamente após a polimerização e decorridas 24 horas¹⁶. Optou-se por padronizar a distância¹⁴ da ponta guia de cada aparelho até a superfície da resina composta, pois essa separação é considerada por Aravamundhan et al.¹ como a chave variável no momento da polimerização, uma vez que a intensidade diminuiu com o aumento da distância. Essa posição é corroborada por Rueggeberg & Craig (1988)²⁶, os quais afirmam que as propriedades físicas dos compósitos curados pela luz irão variar com a distância da superfície irradiada. Um espaço de 2 mm foi escolhido por ser uma distância aproximada entre a ponta da luz e o fundo do assoalho de um preparo para uma restauração de resina composta classe I, simulando assim condições clínicas.¹⁸ Isso também ajuda a dissipar o calor gerado por qualquer fonte de luz. Há de se lembrar que Rastelli et al.²⁷ encontraram que a luz halógena produz um aumento de temperatura que é considerado perigoso para a polpa. Entretanto, no mencionado estudo²⁷, as amostras foram colocadas em contato direto com a ponteira do guia de luz cobrindo a superfície inteira do corpo-de-prova, o que representa maior possibilidade de aumento da temperatura durante a fotopolimerização de uma resina composta, independente da fonte de luz. Calixto et al. (2008)²² comentaram que as unidades leds geram calor mínimo, não necessitando de um ventilador com seu barulho associado e consumo de potência. Os autores²² também afirmaram que a eficiência da conversão de energia elétrica em energia utilizável para polimerização é maior para os

leds azuis do que para as luzes convencionais (14% para um, respectivamente), sendo este mais um benefício dos leds em relação às luzes halógenas.

Independente da fonte polimerizadora, todos os compósitos apresentaram maior dureza na superfície de topo em relação à base, tanto imediatamente como após 24 horas. Gomes et al. (2006)²⁸ explicam que a quantidade de luz viável para excitar o fotoiniciador diminui drasticamente no interior da resina composta, como resultado da absorção de luz e dispersão pela própria resina.

Nesta investigação, em que todas as unidades de luz foram empregados por 40 segundos, o aparelho de luz halógena que possui ponta com 8mm, proporcionou um desempenho superior somente em relação ao LED Elipar Free Light™ 2, que também tem ponteira com as mesmas dimensões. Em 2002, Dunn & Bush³ utilizaram diferentes dispositivos de luz, todos com ponteiros de 8 mm, e verificaram que as lâmpadas halógenas produziram maior dureza nas superfícies superior e inferior em comparação aos leds. Polydorou et al. (2009)¹⁷ encontraram ao utilizar a cor A2, que a luz halógena usada por 40 segundos produziu valores de microdureza estatisticamente superiores comparados às duas unidades leds que foram operadas com 10 e 20 segundos. No entanto, neste estudo, os outros dois leds apresentaram resultados superiores em relação ao Elipar Free Light™ 2 e à luz halógena. Esse comportamento pode ser atribuído em parte ao tempo utilizado de 40 segundos. Alguns autores^{3, 17} relataram que o número de leds pode influenciar o desempenho das unidades de fotopolimerização baseadas nesta tecnologia. No entanto, conforme relatado por Polydorou et al,¹⁷ o dispositivo Ultra Lume Led 5 possui cinco leds, mas só o central tem maior participação na polimerização das resinas compostas. Os outros estão colocados periféricamente e tem apenas uma pequena influencia sobre a polimerização dos materiais. Deste modo, há

que se concordar que a responsabilidade pela diferente atuação dos aparelhos utilizados não se deve ao número de leds¹⁷.

Ainda que Nita et al.¹⁴ tenham encontrado que, ao se utilizar pontas com 4 mm, a irradiação foi aproximadamente duas vezes à da ponta de 8 mm e cerca de 3 vezes a de 10 mm, neste estudo, o led de terceira geração Ultra Lume Led 5, que possui a ponta com maior dimensão, obteve um desempenho equivalente ao Raddi-Cal, de segunda geração, que apresentou a melhor performance e possui a menor ponteira. Assim, pode-se interpretar que as dimensões da ponteira não interferem na eficiência da luz para o grau de dureza. Consequentemente, considera-se desnecessário seguir a recomendação de Nitta et al., ao usar leds com ponta guia de luz de maior diâmetro, se deveria aumentar o tempo de irradiação¹⁴.

A razão para o melhor desempenho do Ultra Lume Led 5 é que esses dispositivos de terceira geração usam o mesmo chip que os de segunda geração e também incluem um ou mais chips de baixa energia que emitem uma segunda frequência em uma banda espectral violeta⁵. Com a produção adicional na faixa de 395–410 nm, essas luzes da terceira geração de duplo picos²⁰ são capazes de polimerizar uma extensão maior, se comparados aos dispositivos LEDs de um único pico liberando irradiação similar^{31,32} ou aos LEDs de segunda geração, que são capazes de produzir uma polimerização com desempenho adequado^{5,13,32}, proporcionando propriedades mecânicas semelhantes ou melhores do que as das lâmpadas halógenas em compósitos sem iniciadores.³²

Todavia, deve-se lembrar que um dos aparelhos testados, um LED de segunda geração, apresentou menor desempenho que o dispositivo de luz halógena, o que também foi constatado por Dunn et al. em 2002³. Nesta investigação, em que todos os aparelhos foram operados em modo constante de polimerização por 40 segundos, pode-

se afirmar que houve diferenças estatisticamente significante entre as fontes de luz estudadas, as quais, em ordem crescente, compõem os resultados que ficaram assim distribuídos: Elipar Free Light™ 2 < Ultralux < Ultra Lume Led 5 = Ralii-Cal.

Observou-se que a resina nanoparticulada (Filtek™ Z350), independente do tempo e da fonte de luz, apresentou maior dureza na superfície de topo. Já a menor dureza foi obtida com a resina microhíbrida Opallis nas mesmas situações. O mesmo aconteceu quando se analisou a superfície de base. Entretanto, algumas particularidades devem ser comentadas. Quando submetidas ao aparelho de luz halógena (Ultralux), as resinas Vit-l-escence™ (microhíbrida) e Filtek™ Z350 (nanoparticulada) não apresentaram diferenças estatisticamente significante em relação à dureza superficial (topo), o mesmo ocorrendo quando essas resinas foram polimerizadas pelos LEDs Ultra Lume Led 5 e Ralii-Cal. Apenas quando submetida ao LED Elipar Free Light™ 2, a resina Vit-l-escence™ teve um desempenho inferior ao da nanoparticulada. Já a resina Amelogen® Plus, também microhíbrida, em duas situações, quando sob o efeito das luzes dos LEDs Ultra Lume Led 5 e Elipar Free Light™ 2, comportou-se semelhante ao da resina Vit-l-escence™. Neste estudo, a dureza superficial mostrou variar com diferença significativa, dependendo da unidade fotopolimerizadora usada, dado coincidente, portanto, com os achados de Polydorou et al. (2009)¹⁷. De uma forma geral, pode-se afirmar que a dureza das resinas compostas para a superfície de topo, independente do tempo, ficou assim estabelecida: Opallis < Amelogen® Plus < Vit-l-escence™ = Filtek™ Z350. Entretanto, há de se observar que, nessa superfície, em quaisquer dos tempos testados, todas as resinas, quando polimerizadas com o aparelho Elipar Free Light™ 2, apresentaram menor desempenho. Estes resultados contradizem os obtidos por Felix et al. (2006)¹³, que consideraram o Led Elipar Free Light™ 2 um substituto para lâmpadas halógenas. Entretanto, fótons de luz insuficientes no

comprimento de onda correto, embora absorvidos pelo fotoiniciador, produzirão grau de conversão inadequado, o que pode resultar em dureza reduzida^{34, 35}.

Após 24 horas, houve um aumento significativo na microdureza da superfície superior para todas as amostras, independentemente da fonte de luz. Isto também foi observado por Oberholzer et al.¹⁶ e Felix & Price¹⁸, indicando que a polimerização ocorre mais na superfície inferior.

Na superfície de base, a resina nanoparticulada apresentou a maior microdureza, seguida pela resina microhíbrida Vit-I-escenceTM, tendo, ambas, suas médias aumentadas após 24 horas. Novamente constatou-se que a resina que apresentou a menor média de microdureza, independente do período avaliado, foi a resina Opallis sob a ação de qualquer um dos dispositivos fotopolimerizadores. Essa mesma resina e também a Amelogen® Plus obtiveram, após 24 horas, dureza equivalente à inicial. O espalhamento da luz no interior dos compósitos é dependente do tamanho das partículas. Assim, os comprimentos de onda mais curtos são mais espalhados que os maiores comprimentos de onda de luz e podem não alcançar o fundo da restauração. As resinas compostas que usam predominantemente fotoiniciadores alternativos deveriam ser polimerizadas em incrementos menores, deste modo, o fundo do corpo-de-prova estaria mais exposto ao comprimento de onda mais curto¹⁹. Essa diversidade entre as durezas nas superfícies de topo e base demonstra que algumas resinas compostas filtram mais os comprimentos de onda mais curtos do que mais longos^{37, 38}.

O desempenho da resina Opallis, se analisado apenas sob a perspectiva dos LEDs de segunda geração que apresentam uma faixa estreita de 450 nm a 470 nm de atuação no espectro de luz visível, seria explicado se ela contivesse apenas a canforoquinona como fotoiniciador e se os seus co-iniciadores não fossem excitados com comprimentos de ondas mais baixos^{31, 33}. Essa seria uma elucidação plausível, visto que

os fabricantes normalmente não citam todos os fotoiniciadores incluídos em seus produtos^{39, 40}. Esses fotoiniciadores alternativos são mais sensíveis aos comprimentos de onda mais curtos (< 420 nm) da luz azul. Todavia, a menor performance da resina Opallis, quando comparada com os outros compósitos, é discrepante e ocorreu também sob a ação da luz halógena, que abrange um largo espectro, assim como o LED de terceira geração.

Dentro das limitações de um estudo in vitro, os resultados desta investigação indicam que a resina de nanopartículas (Filtek™ Z350) gerou a maior dureza, enquanto a resina microhíbrida Opallis apresentou menor dureza nas superfícies superior e inferior, independentemente do fator tempo; o LED de terceira geração (Ultra Lume Led 5) e um da segunda geração (Radii-Cal) demonstraram uma maior capacidade de polimerização das resinas, sem diferença estatisticamente significativa entre si; a luz halógena mostrou superioridade quando comparada ao Led Elipar Free Light™ 2; a capacidade de polimerização dos dispositivos não apresentou qualquer relação com as dimensões de suas ponteiros condutoras de luz.

Agradecimentos: *In memorium*: Agradecemos à Profa Maria Salete Machado Candido, Faculdade de Odontologia da UNESP.

Nosso reconhecimento também ao professor Gelson Luis Abado, do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, UNESP-Araraquara, que permitiu a utilização do aparelho MMTT-3 (Buehler Lake Bluff, Illinois E.U.A.).

À 3M/ESPE Brasil, à Odontopan representante da Dabi-Atlante e à Dra. Patricia Amaral, pelo uso dos aparelhos fotopolimerizadores utilizados neste estudo.

Dr. Ribeiro, professor do Departamento de Prótese e Dentística Restauradora da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul - Brasil e aluno do doutorado da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual de São Paulo.

Dr. Boaventura e Dr. Queiroz, estudantes de doutorado do Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual de São Paulo.

Dr. Palo, Professor Substituto do Departamento de Endodontia da Universidade Estadual de São Paulo - Campus São José dos Campos e Professor de pós-graduação do curso de Endodontia na ABENO - São Paulo - Brasil.

Dr. Pameijer, Professor Emérito do Departamento de Ciências Reconstitutivas, Universidade de Connecticut, Escola de Medicina Dentária, Farmington, CT E.U.A.

Dr. Saad, professor do Departamento de Odontologia Restauradora, Faculdade de Odontologia de Araraquara, Universidade Estadual de São Paulo.

Referências

1. Aravamudhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dent Mater* 2006; 22: 988-94
2. Bala O, Olmez A, Kalayci S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. *J Oral Rehabil* 2005; 32: 134-40.
3. Dunn WJ, Bush AC. A comparison of polymerization by light-emitting diode and halogen-based light-curing units. *J Am Dent Assoc* 2002; 133: 335-41.
4. Stahl F, Ashworth SH, Jandt KD, Mills RW. Light-emitting diode (LED) polymerisation of dental composites: flexural properties and polymerisation potential. *Biomaterials* 2000; 21: 1379-85.
5. Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights--what's new? *Compend Contin Educ Dent* 2005; 26:586, 588, 590-1.
6. Tsai PC, Meyers IA, Walsh LJ. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Dent Mater* 2004; 20: 364-9.
7. Campregher UB, Samuel SM, Fortes CB, Medina AD, Collares FM, Ogliari FA. Effectiveness of second-generation light-emitting diode (LED) light curing units. *J Contemp Dent Pract* 2007; 8: 35-42.
8. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *J Esthet Restor Dent* 2002; 5: 286-95.
9. Mills RW, Jandt KD, Ashworth SH. Dental composite depth of cure with halogen and blue light emitting diode technology. *Br Dent J* 1999; 186: 388-91.
10. Nomura Y, Teshima W, Tanaka N, Yoshida Y, Nahara Y, Okazaki M. Thermal analysis of dental resins cured with blue light-emitting diodes (LEDs). *J Biomed Mater Res* 2002; 63: 209-13.

11. Al-Qudah AA, Mitchell CA, Biagioni PA, Hussey DL. Effect of composite shade, increment thickness and curing light on temperature rise during photocuring. *J Dent* 2007; 35: 238-45.
12. Briso AL, Fedel TM, Pereira Sde M, Mauro SJ, Sundfeld RH, Sundefeld ML. Influence of light curing source on microhardness of composite resins of different shades. *J Appl Oral Sci* 2006; 14: 10-5.
13. Felix CA, Price RB, Andreou P. Effect of reduced exposure times on the microhardness of 10 resin composites cured by high-power LED and QTH curing lights. *J Can Dent Assoc* 2006; 72: 147.
14. Nitta K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites. *Dent Mater* 2005; 21: 217-23.
15. Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hirano S. Light exposure required for optimum conversion of light activated resin systems. *Dent Mater*; 22: 1135-42.
16. Oberholzer TG, Du Preez IC, Kidd M. Effect of LED curing on the microleakage, shear bond strength and surface hardness of a resin-based composite restoration. *Biomaterials* 2004; 26: 3981-6.
17. Polydorou O, Manolakis A, Hellwig E, Hahn P. Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units. *Clin Oral Investig* 2008; 12: 45-5.
18. Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *J Adhes Dent* 2003; 5: 283-91.
19. Price RB, Felix CA. Effect of delivering light in specific narrow bandwidths from 394 to 515nm on the micro-hardness of resin composites. *Dent Mater* 2009; 25: 899-908.

20. Rode KM, de Freitas PM, Lloret PR, Powell LG, Turbino ML. Micro-hardness evaluation of a micro-hybrid composite resin light cured with halogen light, light-emitting diode and argon ion laser. *Lasers Med Sci* 2009; 24: 87-92.
21. Cefaly DF, Ferrarezi GA, Tapety CM, Lauris JR, Navarro MF. Microhardness of resin-based materials polymerized with LED and halogen curing units. *Braz Dent J.* 2005;16: 98-102.
22. Calixto LR, Lima DM, Queiroz RS, Rastelli ANS, Bagnato VS, Andrade MF. Curing depth of composite resin light cured by led and halogen light-curing units. *Laser Phys* 2008; 18: 1365–9.
23. Mills RW, Uhl A, Jandt KD. Optical power outputs, spectra and dental composite depths of cure, obtained with blue light emitting diode (LED) and halogen light curing units (LCUs). *Br Dent J.* 2002; 193: 459-63.
24. Ferracane JL. Developing a more complete understanding of stresses produced in dental composites during polymerization. *Dent Mater* 2005; 21: 36-42.
25. Witzel MF, Calheiros FC, Gonçalves F, Kawano Y, Braga RR. Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials. *J Dent* 2005; 33: 773-9.
26. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res* 1988; 67: 932-7.
27. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. *Laser Phys* 2008; 18: 1074–9.
28. Gomes GM, Calixto AL, Santos FA, Gomes OM, D'Alpino PH, Gomes JC. Hardness of a bleaching-shade resin composite polymerized with different light-curing sources. *Braz Oral Res* 2006;20:337-41.

29. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). *Dent Mater* 2000; 16: 41-7.
30. Price RB, Felix CA, Andreou P. Evaluation of a dual peak third generation LED curing light. *Compend Contin Educ* 2005; 26: 331-2, 334, 336-8.
31. Price RB, Felix CA, Andreou P. Third-generation vs a second-generation LED curing light: effect on Knoop microhardness. *Compend Contin Educ* 2006; 27: 490-6.
32. Uhl A, Sigusch BW, Jandt KD. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent Mater* 2004; 20: 80-7.
33. Caldas DB, de Almeida JB, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA, Consani S. Influence of curing tip distance on resin composite Knoop hardness number, using three different light curing units. *Oper Dent* 28: 315-20.
34. Correr AB, Sinhoreti MA, Sobrinho LC, Tango RN, Schneider LF, Consani S. Effect of the increase of energy density on Knoop hardness of dental composites light-cured by conventional QTH, LED and xenon plasma arc. *Braz Dent J* 2005; 16: 218-24.
35. Chýlek P. Absorption and scattering of light by small particles. By C. F. Bohren and d. R. Huffman. *Appl Opt* 1986; 25: 3166.
36. Arikawa H, Fujii K, Kanie T, Inoue K. Light transmittance characteristics of light-cured composite resins. *Dent Mater* 1998; 14: 405-11.
37. Kim SY, Lee IB, Cho BH, Son HH, Um CM. Curing effectiveness of a light emitting diode on dentin bonding agents. *J Biomed Mater Res B Appl Biomater* 2006; 77:164-70.

38. Alvim HH, Alecio AC, Vasconcellos WA, Furlan M, de Oliveira JE, Saad JR. Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade. *Dent Mater* 2007; 23: 1245-9.
39. Michelsen VB, Lygre H, Skålevik R, Tveit AB, Solheim E. Identification of organic eluates from four polymer-based dental filling materials. *Eur J Oral Sci* 2003; 111: 263-71.

QUADROS

Quadro 1- Características principais das resinas compostas utilizadas.

Material	Matriz Polimérica	Carga	% de carga	Lote	Fabricante
Vit-I-escense®	Bis-GMA	Vidro de Estrôncio Boro Alumina Silicato com part. de Silício 0,4 – 0,7 µm	58% vol. 75% peso	B2WT6	Ultradent®, South Jordan UTAH USA
Amelogen Plus®	Bis-GMA	Vidro de Boro Alumina Silicato de Bário 0,4 – 0,7 µm	61% vol. 76% peso	B2XGJ	Ultradent®, South Jordan UTAH USA
Opallis	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Vidro de Bário-Alumino Silicato silanizado Pigmentos e Sílicas Partículas 40 nm à 3.0µm	57-8% vol 78,5% à 79% peso	O90109	FGM – SC- Brasil
Filtek™ Z-350	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Sílica primária (não aglomerado) Tamanho médio de 20 nm e aglomerados de zirconia e sílica com partículas entre 5 nm e 29nm formando aglomerados de 0,6 µm a 1,4 µm	84,5% vol. 78,5% peso	6CY	3M ESPE™ Dental Products, St. Paul, MN, USA

Quadro 2 - Tipos e características dos aparelhos LED empregados

Aparelho	Nº de Leds	Intervalo de comprimento de onda	Intensidade	Diâmetro da ponteira	Lote	Fabricante
UltraLume Led 5	05	370-500nm	800 mW/cm ²	10 mm X 13 mm, oval	509510	Ultradent®
Radii-Cal	01	440nm-480nm	970 mW/cm ²	7 mm, circular	4-156114	SDI
Elipar Free Light™ 2	01	430-480nm	980 mW/cm ²	8 mm, circular	939826018134	3M ESPE™

TABELAS

Tabela 1 - Médias (M) e desvios padrão (DP) de microdureza Vickers nas superfícies de topo e de base, avaliadas imediatamente e 24 horas após a fotoativação.

Luz	Resina		Topo		Base		
			Immed	24h	Immed	24h	
Ultralux	Filtek™ Z350	A	40.7	43.3	31.8	36.9	
		SD	1.8	1.9	3.4	1.5	
	Opallis	A	25.4	29.4	20.8	22.4	
		SD	1.3	1.5	2.4	1.5	
	Amelogen® Plus	A	34.5	37.9	28.0	26.3	
		SD	2.8	3.9	2.0	3.2	
	Vit-I-escence™	A	40.0	45.9	32.0	33.7	
		SD	1.2	2.8	3.3	4.8	
	Ultra Lume Led 5	Filtek™ Z350	A	51.1	54.0	46.5	49.3
			SD	3.6	3.0	2.4	3.5
Opallis		A	27.0	28.8	25.4	25.4	
		SD	3.0	2.2	3.5	1.8	
Amelogen® Plus		A	42.7	45.7	35.9	35.9	
		SD	3.3	4.8	5.4	4.6	
Vit-I-escence™		A	49.5	54.2	39.3	41.7	
		SD	4.1	2.2	3.1	2.2	
Ratii-Cal		Filtek™ Z350	A	48.1	54.3	42.1	45.8
			SD	3.6	2.4	2.9	2.1
	Opallis	A	29.7	30.1	27.5	26.9	
		SD	2.7	3.6	2.2	3.2	
	Amelogen® Plus	A	40.1	47.3	32.2	36.6	
		SD	5.0	5.7	6.6	4.9	
	Vit-I-escence™	A	51.6	57.4	47.0	50.3	
		SD	5.0	4.2	5.9	4.6	
	Elipar Free Light™ 2	Filtek™ Z 350	A	35.9	42.2	34.4	39.9
			SD	2.2	1.5	2.5	1.9
Opallis		A	21.5	24.8	20.4	21.7	
		SD	0.5	0.9	0.6	0.7	
Amelogen® Plus		A	27.7	34.2	22.7	28.2	
		SD	1.2	1.2	0.9	1.3	
Vit-I-escence™		A	29.3	35.4	27.3	32.1	
		SD	2.2	1.3	1.0	1.8	

FIGURAS

FIGURA 1

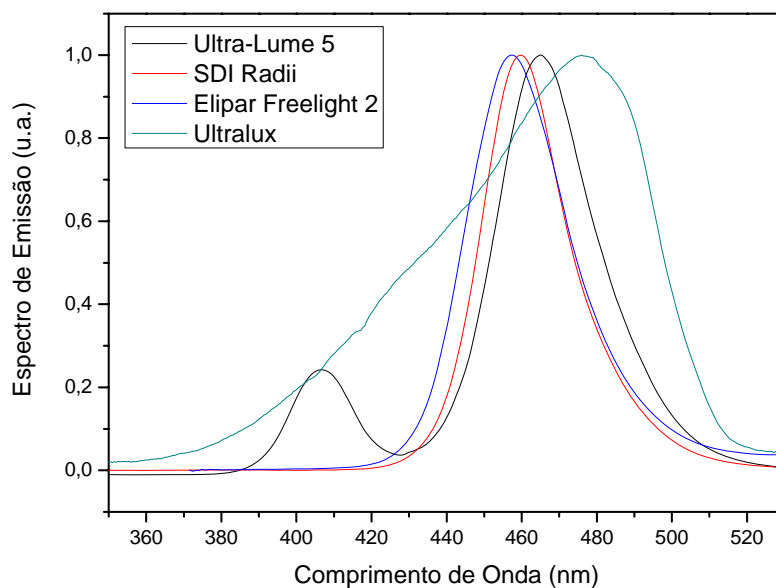


Figura 1 – Espectros de emissão dos aparelhos Ultra-Lume Led 5, Radii-Call, Elipar Free Light™ 2 e Ultralux.

FIGURA 2

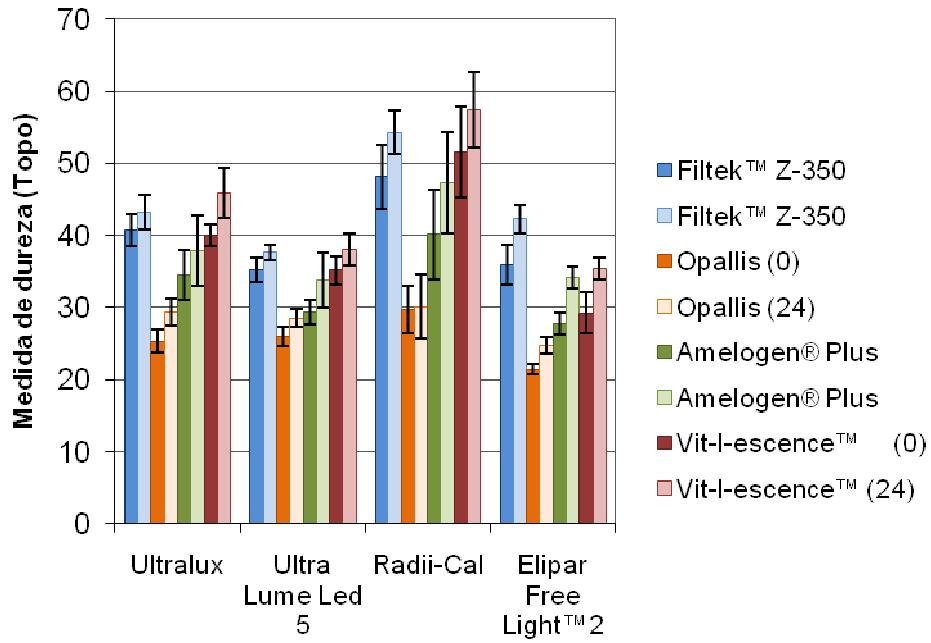


Figura 2- Médias amostrais (colunas) de dureza da superfície de topo e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais dessas durezas (barras verticais), logo após a fotoativação (0) e 24 horas depois (24)

FIGURA 3

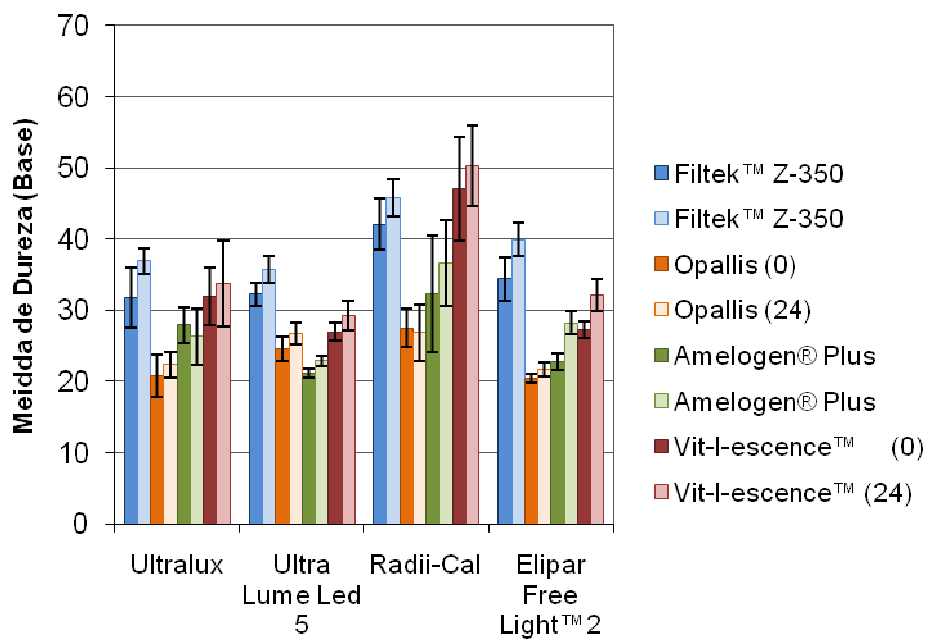


Figura 3- Médias amostrais (colunas) de dureza da superfície de base e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais dessas durezas (barras verticais), logo após a fotoativação (0) e 24 horas depois (24)

1. Dados para análise (médias de quatro impressões na amostra) Cap 2

	Luz	Resina	Imediata			24 Horas		
			Topo	Base	B/T*100	Topo	Base	B/T*100
			T-0	B-0	B/T-0	T-24	B-24	B/T-24
1	Ultralux SO	Filtek™ Z350	39,9	35,4	89,0	43,0	36,6	85,2
1		Filtek™ Z350	41,8	30,6	73,1	40,3	35,3	87,4
1		Filtek™ Z350	42,5	34,3	80,2	44,8	36,4	81,0
1		Filtek™ Z350	37,9	26,8	72,8	43,1	39,4	91,4
1		Filtek™ Z350	41,2	32,0	77,2	45,2	36,8	81,5
2	Ultralux SO	Opallis	24,0	18,0	75,5	30,5	21,1	69,5
2		Opallis	25,1	22,5	90,0	30,5	24,6	80,9
2		Opallis	27,3	24,0	86,6	29,8	22,9	76,5
2		Opallis	24,7	20,2	81,3	26,9	21,0	78,8
2		Opallis	25,7	19,2	74,3	29,3	22,3	76,1
3	Ultralux SO	Amelogen® Plus	33,6	26,2	76,9	32,7	23,0	70,5
3		Amelogen® Plus	31,6	26,0	82,2	35,9	27,3	78,9
3		Amelogen® Plus	39,1	29,7	74,8	39,0	25,7	66,7
3		Amelogen® Plus	33,8	27,5	82,5	43,3	31,3	73,2
3		Amelogen® Plus	34,5	30,4	88,5	38,7	24,2	62,2
4	Ultralux SO	Vit-I-escence™	38,4	28,4	73,1	42,5	30,2	70,6
4		Vit-I-escence™	40,2	29,1	72,7	48,2	35,9	75,2
4		Vit-I-escence™	39,2	31,9	81,0	44,4	28,9	65,2
4		Vit-I-escence™	41,2	34,9	84,7	45,0	32,6	73,0
4		Vit-I-escence™	41,0	35,6	86,6	49,4	41,0	82,9
5	UltraLume Led 5	Filtek™ Z350	52,4	49,2	93,8	58,3	54,4	93,6
5		Filtek™ Z350	54,8	43,9	80,0	55,1	46,1	83,8
5		Filtek™ Z350	45,4	44,0	96,3	50,2	47,0	93,5
5		Filtek™ Z350	50,2	47,7	94,8	53,5	51,5	96,2
5		Filtek™ Z350	52,9	48,0	90,9	53,0	47,4	88,7
6	UltraLume Led 5	Opallis	22,9	20,8	91,2	25,9	22,6	87,3
6		Opallis	26,0	24,1	92,1	29,9	24,6	82,4
6		Opallis	31,0	30,0	97,1	31,8	26,5	82,9
6		Opallis	28,2	27,4	96,9	28,4	26,4	93,4
6		Opallis	27,1	25,0	92,4	28,4	26,9	94,8
7	UltraLume Led 5	Amelogen® Plus	46,3	43,7	94,2	41,1	33,8	82,9
7		Amelogen® Plus	39,9	30,4	76,6	46,2	38,3	84,0
7		Amelogen® Plus	38,8	33,0	84,7	41,2	29,2	73,0
7		Amelogen® Plus	45,1	39,1	86,7	47,3	36,8	78,2
7		Amelogen® Plus	43,6	33,3	77,4	52,6	41,2	78,8
8	UltraLume Led 5	Vit-I-escence™	51,0	37,7	74,5	54,3	44,3	81,3
8		Vit-I-escence™	50,8	38,5	75,8	53,4	43,5	81,6
8		Vit-I-escence™	42,3	37,3	88,2	51,6	40,5	78,4
8		Vit-I-escence™	50,7	44,8	88,7	54,4	41,2	76,5
8		Vit-I-escence™	52,6	38,3	73,3	57,6	39,1	68,0

2. Dados para análise (médias de quatro impressões na amostra) Cap 2

	Luz	Resina	Imediata			24 Horas		
			Topo	Base	B/T*100	Topo	Base	B/T*100
			T-0	B-0	B/T-0	T-24	B-24	B/T-24
9	Radii-Cal	Filtek™ Z350	45,9	44,8	97,6	52,8	45,3	86,0
9		Filtek™ Z350	48,9	39,6	81,1	50,9	42,7	84,0
9		Filtek™ Z350	46,5	43,2	94,1	56,2	48,4	86,1
9		Filtek™ Z350	45,3	38,5	86,5	54,6	46,6	85,7
9		Filtek™ Z350	54,1	44,5	82,5	56,8	46,2	81,4
10	Radii-Cal	Opallis	31,6	29,6	94,0	31,3	26,3	84,7
10		Opallis	26,6	24,8	93,1	26,7	24,5	91,7
10		Opallis	28,3	27,1	95,8	28,8	25,9	90,0
10		Opallis	33,2	29,9	90,3	35,8	32,4	90,6
10		Opallis	28,6	26,1	91,3	28,0	25,3	90,2
11	Radii-Cal	Amelogen® Plus	45,5	35,6	78,0	49,0	37,6	77,0
11		Amelogen® Plus	35,6	24,7	69,7	39,8	31,4	77,9
11		Amelogen® Plus	34,1	25,6	77,0	43,2	33,1	76,2
11		Amelogen® Plus	43,2	38,9	89,2	50,8	44,1	86,8
11		Amelogen® Plus	42,3	36,4	86,1	53,8	36,9	68,3
12	Radii-Cal	Vit-I-escence™	49,7	45,9	92,0	56,2	50,6	89,5
12		Vit-I-escence™	50,5	42,2	82,5	57,8	50,7	87,0
12		Vit-I-escence™	58,3	54,4	93,8	64,4	57,5	89,6
12		Vit-I-escence™	45,0	40,9	90,7	53,2	45,8	86,1
12		Vit-I-escence™	54,4	51,7	94,5	55,5	47,1	85,6
13	Elipar Free Light 2	Filtek™ Z350	32,8	32,6	99,5	39,9	36,5	91,6
13		Filtek™ Z350	34,6	31,2	90,0	44,2	40,6	92,6
13		Filtek™ Z350	38,5	36,0	93,6	42,2	40,9	97,2
13		Filtek™ Z350	37,4	37,1	99,4	42,8	40,7	95,3
13		Filtek™ Z350	36,2	35,4	97,8	42,1	40,7	96,5
14	Elipar Free Light 2	Opallis	20,6	19,9	96,8	26,3	22,5	85,9
14		Opallis	21,5	21,3	99,8	25,0	22,4	89,9
14		Opallis	21,5	20,0	93,2	24,6	20,8	85,6
14		Opallis	21,8	20,6	94,8	24,3	21,4	88,2
14		Opallis	21,9	20,3	92,9	23,8	21,3	89,9
15	Elipar Free Light 2	Amelogen® Plus	27,3	21,8	80,0	33,9	29,1	86,1
15		Amelogen® Plus	27,3	22,2	81,5	33,1	27,4	83,1
15		Amelogen® Plus	29,4	22,9	78,5	33,9	30,2	88,8
15		Amelogen® Plus	26,4	24,2	92,4	33,8	27,4	81,5
15		Amelogen® Plus	28,5	22,6	79,8	36,3	27,1	75,2
16	Elipar Free Light 2	Vit-I-escence™	25,6	25,8	100,9	35,9	34,4	95,9
16		Vit-I-escence™	30,5	27,1	88,9	34,1	29,8	87,6
16		Vit-I-escence™	31,4	28,4	90,8	36,9	33,3	90,2
16		Vit-I-escence™	30,0	28,0	93,3	34,1	31,8	93,2
16		Vit-I-escence™	28,9	27,2	94,1	36,0	31,4	87,6

**Grau de conversão de resinas compostas de nanopartículas e microhíbridas
fotoativadas por diferentes gerações de LEDs**

Benicia Carolina Iaskievicz Ribeiro^{ab}, Juliana Maria Capelozza Boaventura^a, Joel de Brito Gonçalves^b, Alessandra Nara de Souza Rastelli^{ac}, Vanderlei Salvador Bagnato^c, José Roberto Cury Saad^a

^a Departamento de Odontologia Restauradora, Universidade do Estado de São Paulo (UNESP), Faculdade de Odontologia de Araraquara, Araraquara, SP, Brasil

^b Departamento de Prótese e Odontologia Restauradora, Universidade Federal do Mato Grosso do Sul, Campo Grande, MS, Brasil

^c Instituto de Física da Universidade de São Paulo (USP), São Carlos, SP, Brasil

* Autor correspondente: Rua Humaitá, 1680, Centro, Araraquara, SP, P.O.Box 355, CEP: 14801-903, Brasil. Tel:+55 16 33016707.

Endereço de email: becarol.odonto@uol.com.br

Grau de conversão de resinas compostas de nanopartículas e microhíbridas fotoativadas por diferentes gerações de LEDs

Resumo

Objetivo: Este estudo objetivou avaliar o grau de conversão de quatro resinas compostas, uma de nanopartículas e três microhíbridas, fotoativadas por leds de segunda e terceira gerações.

Métodos: As resinas compostas Filtek™ Z350 (nanopartícula), Amelogen® Plus, Vit-l-escence™ e Opallis (microhíbridas) foram fotoativadas por LEDs de segunda e terceira gerações com luz contínua, e um aparelho halógeno de quartzo e tungstênio foi usado como grupo controle. Os corpos-de-prova foram armazenados e após 24 horas foram triturados, misturando-se 5 mg dos mesmos com 100 mg de brometo de potássio (KBr). Após a homogeneização foram prensados, resultando em uma pastilha que foi avaliada por meio de um espectrofotômetro infravermelho (Nexus 470, Thermo Nicolet).

Resultados: A análise de variância (ANOVA) mostrou um efeito significativo sobre a interação entre os LCUs e as resinas compostas ($p < 0.001$). O teste de Tukey mostrou que a resina de nanopartícula (Filtek™ Z350), quando fotoativada por lâmpada halógena (QTH), apresentou o menor grau de conversão comparada com as resinas microhíbridas. O grau de conversão da resina nanoparticulada (Filtek™ Z350) também foi menor usando-se leds. Os maiores graus de conversão foram obtidos quando se utilizou o led de terceira geração.

Conclusão: A resina nanoparticulada (Filtek™ Z350) apresentou o menor grau de conversão, sendo possível, por isso inferir que o seu desempenho clínico poderá ser

inferior aos das microhíbridas, especialmente da resina Vit-l-escenceTM, que apresentou os maiores valores.

PALAVRAS-CHAVE: resinas compostas; fotoativação; grau de conversão; nanotecnologia; LEDs.

1. Introdução

Apesar dos grandes avanços tecnológicos e científicos, os materiais utilizados para confecção de restaurações adesivas diretas ainda não oferecem um ótimo comportamento durante e após a confecção das restaurações. Suas propriedades mecânicas, físicas e biológicas não correspondem às das estruturas dentárias^{1,2}.

Embora amplamente utilizada em diversas áreas industriais, biomédicas, eletrônica, aeronáutica e outros meios de transporte, apenas mais recentemente a nanotecnologia começou a ser incorporada à Odontologia.

Em função de suas reduzidas dimensões, é possível incorporar mais carga nas resinas compostas baseadas nessa tecnologia³, o que resulta em melhores propriedades mecânicas³⁻⁷. Suas propriedades ópticas também são melhoradas, uma vez que o diâmetro de suas partículas é uma fração do comprimento de luz visível e o olho humano não pode distingui-las⁵.

Em função de suas inúmeras deficiências, as lâmpadas halógenas de quartzo e tungstênio (QTH) estão sendo substituídas por outras fontes de luz^{8,9}. Assim, os leds (diodos emissores de luzes azuis), introduzidos mais recentemente na Odontologia, evoluíram, e os sistemas de segunda geração são capazes de produzir desempenho equivalente ao dos aparelhos halógenos (QTH)^{10, 11}. Atualmente, os sistemas leds já

estão em sua terceira geração, caracterizados pela presença do mesmo chip usado pelos sistemas de segunda geração e de outros chips com baixa energia que emitem uma segunda frequência em faixa espectral violeta¹⁰

Idealmente, as resinas deveriam ter seus monômeros convertidos em polímeros durante a reação de presa. No entanto, os monômeros dimetacrilatos exibem considerável insaturação residual no produto final, com um grau de conversão (GC) variando de 55% a 75%¹². Menor grau de conversão proporciona compósitos com propriedades mecânicas inferiores e maior descoloração e degradação dos mesmos², e, em consequência, restaurações com menor resistência e pobre estabilidade de cor.¹³⁻¹⁵

Deste modo, o propósito deste estudo foi investigar a influência de diferentes fontes de luz, três leds, sendo dois de segunda geração e um de terceira, no grau de conversão de resinas compostas nanoparticulada e microhíbridas.

2. Materiais e método:

2.1. Resinas compostas usadas:

Neste estudo utilizou-se uma resina composta nanoparticulada (FiltekTM Z350) e três microhíbridas (Amelogen Plus[®], Vit-l-escenceTM e Opallis[®]), todas indicadas para dentina, na cor A₂. As características das resinas compostas podem ser visualizadas no Quadro 1.

2.2. Unidades fotopolimerizadoras usadas:

Dois leds de segunda geração (Raddi-Cal e Elipar Free LightTM 2) e um da terceira geração (Ultra- Lume Led 5) foram utilizados. Como controle, usou-se uma unidade de luz halógena Ultralux. Todas as unidades tiveram sua potência aferida, antes

da preparação dos corpos-de-prova, por um potenciômetro (Fieldmaster, Coherent Commercial Products Division, Santa Clara, CA, E.U.A., modelo FM, série 11M96). Os valores de densidade de potência foram calculados utilizando a fórmula

$$I = P/A$$

onde P é a potência, em miliwatts, e A é a área da ponteira de luz, em centímetros quadrados.

O Quadro 2 mostra as unidades utilizadas neste estudo e suas principais características.

2.3. Preparação das amostras:

Para a obtenção dos corpos-de-prova utilizou-se matriz circular de alumínio com diâmetro externo de 2,5 cm, apresentando uma perfuração central de 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (ISO 4049)¹⁶. Sobre uma placa de vidro depositou-se uma tira de poliéster e, sobre esta, foi posicionada a referida matriz de alumínio. Com o auxílio de uma espátula CIGFTMIN 3 (Oraltech- São Paulo, Brasil), foi colocada, na perfuração central, a resina composta em único incremento. Uma segunda tira de poliéster foi posicionada sobre a resina composta e, com o auxílio de uma lamínula de vidro, efetuou-se uma leve compressão, apenas para regularizar a superfície externa da resina.

A seguir, as ponteiras do fotopolimerizador de cada unidade (LCU) foram colocadas sobre a matriz contendo a resina composta. Padronizou-se a distância de 2 milímetros da ponteira de fotoativação até a superfície superior da resina composta para, então, proceder a fotoativação das amostras no modo convencional pelo tempo de 40 segundos.¹⁷

Após a fotoativação de cada corpo-de-prova, estes foram armazenados a seco, à temperatura ambiente, em recipientes à prova de luz,¹⁸ e identificados de acordo com o grupo a que pertenciam.

Após 24 horas, os corpos-de-prova foram triturados até a obtenção de um fino pó, que foi mantido em um frasco escuro. Cinco miligramas de pó foram misturados com 100 mg de brometo de potássio (KBr) em pó. Essa mistura foi colocada em um pastilhador metálico e, em seguida, prensada sob uma carga de 10 toneladas, durante 1 minuto, para obter-se uma pastilha¹⁹.

2.4. Determinação do grau de conversão (% DC):

O número de duplas ligações de carbono que são convertidos em ligações simples fornece o grau de conversão (% CC) da resina composta. Para medir o grau de conversão, a pastilha foi colocada em um dispositivo do espectrofotômetro (Nexus 470, Thermo Nicolet). Para esta técnica, as amostras confeccionadas foram analisadas após 24 horas. Os espectros da espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FT-IR) de amostras curadas e não curadas foram analisados usando-se um acessório de reflectância difusa. As medidas de absorvância foram registradas operando-se sob as seguintes condições: 32 varreduras, 4cm^{-1} de resolução, e 300 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} de comprimento de onda. O percentual de duplas ligações de carbono-carbono não-reativo (% C=C) foi determinado a partir da relação das intensidades de absorção de hidrocarbonetos alifáticos C = C (pico de 1638 cm^{-1}) contra um padrão interno, antes e após a polimerização da amostra. Portanto, após a obtenção dos picos de absorvância, o percentual de duplas ligações carbônicas não convertidas (% C=C) foi determinado pela taxa de intensidade de absorção entre ligações C=C em 1.638cm^{-1} e ligações C-C (pico

em 1.608 cm^{-1}), antes e após a polimerização. O grau de conversão (GC) correspondente foi calculado subtraindo-se % $C = C$ de 100%, de acordo com a fórmula:

$$\text{(\%DC)} = \frac{1 - (1.638\text{ cm}^{-1}/1608\text{ cm}^{-1}) \text{ polimerizado}}{(1.638\text{ cm}^{-1}/1608\text{ cm}^{-1}) \text{ não polimerizado}} \times 100$$

Neste estudo, foram adotados testes estatísticos de análise de variância (ANOVA) com um nível de significância de 5% e o teste de Tukey, também com nível de significância de 5% para tomada de decisão.

3. Resultados

A avaliação do grau de conversão foi realizada por análise de variância com dois fatores: unidade fotopolimerizável e resina composta. As comparações múltiplas das médias de grau de conversão pelo teste de Tukey acompanharam as análises. O nível de significância de 5% foi adotado para a tomada de decisão. A fim de verificar a interação significativa entre as unidades de fotopolimerização e as resinas compostas ($p < 0,001$), foi aplicado o teste de Tukey, cujos resultados apresentados na Tabela 3 demonstram que a resina composta de nanopartícula (Filtek™ Z350), quando fotoativada com uma lâmpada halógena, apresentou o menor grau de conversão (55,36%) quando comparada com as microhíbridas, que tiveram valores médios de 56,12% - Opallis, 60,53% Amelogen® Plus e 67,82% - Vit-l-escence™. Com todos os leds, o seu grau de conversão também foi menor, obtendo os seguintes resultados: 49,77% (Raio-Cal), 52,50% (Elipar Free Light™ 2) e 54,71% (Ultra lume Led 5). As resinas microhíbridas que foram fotoativadas pelo aparelho halogéneo

também apresentaram os seguintes resultados: 56,12% - Opallis, 60,53% - Amelogen® Plus e 67,82% - Vit-I-escence™. Quando fotoativadas com led, as resinas mencionadas anteriormente também mantiveram a mesma ordem, mas, para aquelas polimerizadas com Raddi-Cal, os resultados foram os seguintes: 55,56% - Opallis, 56,52% - Amelogen® Plus e 64,41% - Vit-I-escence™. Com o dispositivo Elipar Free Light™ 2: 58,77% - Opallis, 60,43% - Amelogen® Plus e 69,70% - Vit-I-escence™, e os mais altos graus de conversão foram obtidos com o Ultra Lume Led 5: 60,52% - Opallis, 62,61% - Amelogen® Plus e 66,26% - Vit-I-escence™.

Com os valores médios de grau de conversão, pôde ser estabelecido que, independente da unidade fotopolimerizável utilizada, em ordem crescente, as resinas compostas apresentaram o seguinte desempenho: Filtek™ Z350 \leq Opallis \leq Amelogen® Plus $<$ Vit-I-escence™.

Entre as unidades fotopolimerizadoras, não foi possível estabelecer uma ordem de acordo com as médias dos graus de conversão. A Figura 1 mostra a representação das médias de amostragem e os intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais dos graus de conversão, além de ajudar a visualizar os resultados.

4. Discussão

Neste estudo, foram utilizadas resinas compostas com matrizes poliméricas que apresentam monômeros bifuncionais (Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA), cuja reação de polimerização gera polímeros vítreos com uma rede densa de ligações cruzadas.²⁰ A literatura mostra que o mecanismo de formação do radical livre no polímero varia de acordo com o sistema de fotoiniciador usado²¹. Autores como Ogunyinka et al.²² e

Conti²³ consideraram que o espectro de emissão de LCUs e os de absorção de fotoiniciadores são essenciais para uma adequada polimerização.

Com a polimerização incompleta, o monômero residual lixiviável e o iniciador são capazes de interferir na biocompatibilidade² e podem se difundir até a saliva.²⁴ Acredita-se que a polimerização incompleta ocorra principalmente devido às limitações na mobilidade de moléculas impostas pela rápida formação de uma rede de polímeros com ligações cruzadas²⁵. É sabido que o grau de conversão de resinas compostas varia entre 55% e 73%^{12,26,27}. O tamanho das partículas de carga, o índice de refração, a densidade dos materiais restauradores, a natureza da matriz polimérica e a exposição à radiação gerada pelo método de polimerização podem influenciar o grau de conversão (GC) das resinas odontológicas^{12, 28}. É consenso na literatura^{1,2,29} que, quando níveis inadequados de conversão são alcançados na polimerização, as propriedades mecânicas e a resistência à abrasão podem ser comprometidas, assim como a estabilidade da cor pode declinar².

Sabe-se que as propriedades físicas dos compósitos curados pela luz poderão variar com a distância da superfície irradiada e, para minimizar as possibilidades de interferências, neste estudo, o espaço entre a ponta da guia de luz e o corpo-de-prova foi estipulado em 2 mm^{30,34}. Decidiu-se por esse espaçamento uma vez que autores³⁵ consideraram essa a menor distância entre a ponta da luz e o fundo de uma restauração Classe I.

A espectroscopia infravermelha transformada de Fourier (FT-IR) foi escolhida para analisar o grau de conversão por ser uma técnica eficaz e frequentemente utilizada.^{1,36-40} A radiação infravermelha (IR) ou de aquecimento é uma radiação eletromagnética invisível ao olho humano, a qual limita o comprimento do espectro visível de 750 nm a

0,5 mm e aciona tanto a vibração quanto a rotação das moléculas. A espectroscopia é baseada no fato de que as moléculas absorvem a radiação eletromagnética na região do IR. Essas moléculas reativas estão relacionadas à presença de grupos funcionais individuais que dão origem a bandas de absorção em áreas definidas do espectro⁴¹.

Na literatura^{38,42,43}, encontram-se resultados significativamente mais altos de grau de conversão de materiais polimerizados com led do que os produzidos pela luz halógena, o que se explica em função do comprimento de onda³³. Todavia, neste estudo, constatou-se que a luz halógena (QTH) proporcionou resultados ligeiramente superiores para a resina nanoparticulada em relação aos leds. Uma possível explicação para esse comportamento da resina nanoparticulada, fotoativada por lâmpadas QTH, é que o calor gerado por elas tenha contribuído para uma maior efetividade na conversão dos monômeros em polímeros, uma vez que o gradiente de temperatura influencia a reação de polimerização²³. Todavia, o calor produzido pela fotoativação halógena pode causar efeitos deletérios ao órgão pulpar¹⁷.

Entretanto, quando se compara a resina nanoparticulada com as resinas microhíbridas, o grau de conversão da primeira é inferior ao das outras resinas polimerizadas por quaisquer das fontes de luz utilizadas neste experimento. Esses resultados estão de acordo com os obtidos por Silva et al⁴⁴. A possível explicação para essa performance pode estar relacionada com a diferença na composição da matriz orgânica, o tamanho, o volume e o tipo das partículas que interferem na profundidade de polimerização e dispersam de forma diferente a luz incidente⁴⁵. Isso pode causar um efeito de dispersão da luz porque, conforme a luz passa pelo incremento do material, sua intensidade de luz é reduzida⁴⁶.

As resinas microhíbridas Opallis e Amelogen ® Plus, quando submetidas à ação do led de terceira geração Ultra-Lume⁵, atingiram o maior grau de polimerização do que quando expostas a outras unidades. A maior conversão de monômeros em polímeros ocorreu com a Vit-l-escenceTM exposta a qualquer uma das unidades de luz, com um ligeiro aumento quando ativada com led Elipar Free LightTM 2. A menor conversão ocorreu com a resina de nanopartícula quando submetida a qualquer unidade fotopolimerizadora. No entanto, ao observar os resultados com o led Ralii-Cal, parece que todas as resinas que foram utilizadas neste experimento tiveram um menor grau de conversão quando polimerizadas por esse led. Embora se saiba que os diodos emissores de luz azul (LEDs) têm a vantagem de uma estreita faixa espectral de luzes quartzotungstênio-halogéneo (QTH), uma melhor ligação entre a luz emitida e a absorção e da canforoquinona como fotoiniciador,^{47,48}. Neste caso particular, houve um ligeiro declínio em sua capacidade de converter monômeros em polímeros, quando comparados a outras unidades de polimerização que fizeram parte deste estudo.

Deve-se ressaltar que alguns autores⁴⁹ comentaram sobre a influência do diâmetro da ponteira, porque, dependendo do tipo de guia e de fibra óptica, o feixe de luz pode se dispersar. No entanto, neste estudo, que trabalhou com diferentes diâmetros de ponteiros de guia de luz (7,8 mm e 13 mm), não houve diferenças estatisticamente significativas entre as unidades que foram usadas. O led Ralii-Cal, com o menor diâmetro da ponteira, tem um alcance mais restrito do espectro da luz (440-480nm), o que permite um melhor aproveitamento da luz emitida, com uma variação de absorbância entre 400 nm e 500 nm ($\lambda_{max} = 470 \text{ nm}^{50-52}$). Esse led proporciona uma intensidade de 970 mW/cm², que é maior do que o da terceira geração de diodos emissores de luz (800 mW/cm²) e ligeiramente inferior a de um outro de segunda

geração (Elipar Free Light™ 2), com 980 mW/cm^2 . Estes resultados são concordantes com os de Cunha et al. (2009)¹⁰, que usaram uma lâmpada halógena (QTH) e um led, ambos com a mesma irradiação de 550 mW/cm^2 e exposição à mesma radiação, e não encontraram nenhuma diferença estatística no grau de conversão. No entanto, Nita et al. (2004)⁴⁹, embora não tenham avaliado o grau de conversão, encontraram em suas pesquisas que o diâmetro da ponta guia influencia a irradiação. E, neste estudo, foi observado que as diferentes dimensões das mesmas unidades não interferiram nos resultados, quando comparados apenas às unidades polimerizadoras. Do ponto de vista das fontes de luz, não foi possível estabelecer qualquer ordem quanto às médias dos graus de conversão. No entanto, quando consideradas apenas as resinas compostas, diferenças significativas entre elas foram encontradas. Destaca-se sobremaneira, o resultado da resina nanoparticulada que apresentou o menor grau de conversão entre todos os compósitos submetidos a esse estudo. Considerando os resultados obtidos aqui, a importância de mais estudos científicos é enfatizada, em especial com resinas de nanopartículas e suas interações com as diferentes unidades de polimerização.

5. Conclusão

A resina de nanopartícula (Filtek™ Z350) apresentou um menor grau de conversão, e pode ser indiretamente previsto que o seu desempenho clínico será inferior aos das microhíbridas, especialmente a resina Vit-l-escence™, que apresentou os maiores valores. As resinas com um menor grau de conversão oferecem menor longevidade clínica, além da possibilidade de comprometer a polpa, devido ao maior número de monômeros residuais.

REFERENCIAS

1. Schneider LF, Pfeifer CS, Consani S, Prahll SA, Ferracane JL. Influence of photoinitiator type on the rate of polymerization, grau de conversão, hardness and yellowing of dental resina composites. *Dental Materials* 2008; **24**: 1169-77.
2. Stansbury JW, Trujillo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, Ge J. Conversion-dependent shrinkage stress and strain in dental resinas and composites. *Dental Materials* 2005; **21**: 56-67.
3. Moszner N, Salz U. New developments of polymeric dental composites. *Progress in Polymer Science* 2001; **26**: 535-76.
4. Moszner N, Klapdohr S. Nanotechnology for dental composites. *International Journal of Nanotechnology* 2004; **1**: 130-56.
5. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *The Journal of the American Dental Association* 2003; **134**: 1382-90.
6. Gatti A, Rastelli ANS, Ribeiro SJL, Messadeg Y, Bagnato VS. Polymerization of photocurable commercial dental methacrylate-based composites. Photocalorimetry study. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 2007; **87**: 361-4.
7. Bernardi MIB, Rojas SS, Andreetta MRB, Rastelli ANS, Hernandez AC, Bagnato VS. Thermal analysis and structural investigation of different dental composite resinas. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* 2008; **94**: 791-6.
8. Ferracane JL, Berge HX, Condon JR. In vitro aging of dental composites in water-effect of grau de conversão, filler volume, and filler/matrix coupling. *Journal of Biomedical Materials Research* 1998; **42**: 465-72.
9. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resina-based composite. *Dental Materials* 2002; **18**: 463-9.

10. Rueggeberg FA, Blalock JS, Callan RS. LED curing lights--what's new? *Compendium of Continuing Education in Dentistry* 2005; **26**: 586, 588, 590-1.
11. Calixto LR, Lima DM, Queiroz RS, Rastelli ANS, Bagnato VS, Andrade MF. Curing depth of composite resina light cured by led and halogen light-curing units. *Laser Physics* 2008; **18**: 1365–9.
12. Ruyter IE, Oysaed H. Composites for use in posterior teeth: composition and conversion. *Journal of Biomedical Materials Research* 1987; **21**:11-23.
13. Sakaguchi RL, Douglas WH, Peters MC. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *Journal of Dentistry* 1992; **20**:183-8.
14. Venhoven BA, de Gee AJ, Davidson CL. Polymerization contraction and conversion of light-curing BisGMA-based methacrylate resinas. *Biomaterials* 1993; **14**: 871-5.
15. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW Jr. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resina composite. *Operative Dentistry* 1994; **19**: 26-32.
16. International Organization for Standardization. ISO 4049: 2000. Dentistry - polymer – based filling, restorative and luting materials. 3rd ed. Geneva : ISO, 2000.
17. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Changes in the temperature of a dental light-cured composite resina by different light-curing units. *Laser Physics* 2008; **8**: 1003–7.
18. Cunha LG, Alonso RC, Neves AC, de Goes MF, Ferracane JL, Sinhoreti MA. Grau de conversão and contraction stress development of a resina composite irradiated using halogen and LED at two C-factor levels. *Operative Dentistry* 2009; **34**: 24-31.

19. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Effect of power densities and irradiation times on the grau de conversão and temperature increase of a microhíbrida dental composite resina. *Laser Physics* 2008; **18**: 1074-9.
20. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on grau de conversão in light-cured dimethacrylate-based dental resinas. *Biomaterials* 2002; **23**: 1819-1829.
21. Sun GJ, Chae KH. Properties of 2,3-butanedione and 1-phenyl-1,2-propanedione as a new photosensitizers for visible light cured dental resina composites. *Polymer* 2000; **41**: 6205-12.
22. Ogunyinka A, Palin WM, Shortall AC, Marquis PM. Photoinitiation chemistry affects light transmission and grau de conversão of curing experimental dental resina composites. *Dental Materials* 2007; **23**: 807- 13.
23. Conti C, Giorginni E, Landi L, Putignano A, Tosi G. Spectroscopic and mechanical properties of dental resina composite cured with different light sources. *Journal of Molecular Structure* 2005, **744-747**: 641-6.
24. Chen YC, Ferracane JL, Prahl SA. Quantum yield of conversion of the photoinitiator camphorquinone. *Dental Materials* 2007; **23**: 655-64.
25. Chung KH. The relationship between composition and properties of posterior resina composites. *J Dent Res* 1990; **69**: 852-6.
26. Peutzfeldt A, Sahafi A, Asmussen E. Characterization of resina composites polymerized with plasma arc curing units. *Dental Materials* 2000; **16**: 330-6.
27. Imazato S, McCabe JF, Tarumi H, Ehara A, Ebisu S. Grau de conversão of composites measured by DTA and FTIR. *Dental Materials* 2001; **17**: 178-83.

28. Koran P, Kürschner R. Effect of sequential versus continuous irradiation of a light-cured resina composite on shrinkage, viscosity, adhesion, and degree of polymerization. *American Journal of Dentistry* 1998; **11**: 17-22.
29. Ferracane JL, Moser JB, Greener EH. Ultraviolet light-induced yellowing of dental restorative resinas. *Journal of Prosthetic Dentistry* 1985; **54**: 483-7.
30. Aravamundhan K, Rakowski D, Fan PL. Variation of depth of cure and intensity with distance using LED curing lights. *Dental Materials* 2006; **22**: 988-94.
31. Rueggeberg FA, Craig RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *Journal of Dental Research* 1988; **67**: 932-937.
32. Malta DAMP, Kreidler MAM, Villa GE, Andrade MF, Fontana CR, Lizarelli RFZ. Bond strength of adhesive restorations to Er:YAG laser treated dentin. *Laser Physics Letter* 2007; **4**: 153-6
33. Silva PCG, Porto-Neto ST, Lizarelli RFZ, Bagnato VS. Orthodontic brackets removal under shear and tensile bond strength resistance tests - a comparative test between light sources. *Laser Physics* 2008; **5**: 220-26.
34. Nomoto R, Asada M, McCabe JF, Hirano S. Light exposure required for optimum conversion of light activated resina systems. *Dental Materials* 2006; **22**: 1135-42.
35. Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *The Journal of Adhesive Dentistry* 2003; **5**: 283-91.
36. Obici AC, Sinhoreti MAC, Frollini E, Correr-Sobrinho L, Goes MF, Guilherme Elias Pessanha Henriques GEP. Monomer conversion at different dental composite depths using six light-curing methods. *Polymer Testing* 2006; **25**: 282-8.

37. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resina composite properties and energy density of light cure. *Journal of Dental Research* 2005; **84**: 659-62.
38. Bala O, Ölmez A, Kalayci ES. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resina-based composites. *Journal of Oral Rehabilitation* 2005; **32**: 134-40.
39. Lohbauer U, Rahiotis C, Krämer N, Petschelt A, Eliades G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and grau de conversão of a resina composite. *Dental Materials* 2005; **21**: 608–15
40. Bandéca MC, El-Mowafy O, Saade EG, Rastelli ANS, Bagnato VS, Porto-Neto ST. Changes on Grau de conversão of DualCure LutingLight-Cured with Blue LED. *Laser Physics* 2009; **19**:1050–5.
41. Wendl B, Droschl H, Kern W. A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *European Journal of Orthodontics* 2004; **26**: 545-51.
42. Teixeira EC, Thompson JL, Piascik JR, Thompson JY. In vitro toothbrush-dentifrice abrasion of two restorative composites. *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* 2005; **17**: 172-80.
43. Polydorou O, Manolakis A, Hellwig E, Hahn P. Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units. *Clinical Oral Investigations* 2008; **12**: 45-51.
44. da Silva EM, Poskus LT, Guimarães JG, de Araújo Lima Barcellos A, Fellows CE. Influence of light polymerization modes on grau de conversão and crosslink density of dental composites. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* 2008; **19**: 1027–32.

-
45. Knezević A, Tarle Z, Meniga A, Sutalo J, Pichler G, Ristić M. Grau de conversão and temperature rise during polymerization of composite resina samples with blue diodes. *Journal of Oral Rehabilitation* 2001; **28**: 586-91.
 46. Yap AU, Lee HK, Sabapathy R. Release of methacrylic acid from dental composites. *Dental Materials* 2000; **16**: 172-9.
 47. Leonard DL, Charlton DG, Roberts HW, Cohen ME. Polymerization efficiency of LED curing lights. *Journal of Esthetic Restorative Dentistry* 2002; **14**: 286-95.
 48. Nomura Y, Teshima W, Tanaka N, Yoshida Y, Nahara Y, Okazaki M. Thermal analysis of dental resinas cured with blue light-emitting diodes (LEDs). *Journal of Biomedical Materials Research* 2002; **63**: 209-13.
 49. Nitta K. Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites. *Dental Materials* 2005; **21**: 217-223.
 50. Rueggeberg FA, Ergle JW, Lockwood PE. Effect of photoinitiator level on properties of a light-cured and post-cure heated model resina system. *Dental Materials* 1997; **13**: 360-4.
 51. Park YJ, Chae KH, Rawls HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resinas. *Dental Materials* 1999; **15**: 120-7.
 52. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resina composites. *Acta Odontologica Scandinavica* 2002; **60**: 146-50.

TABELAS

Tabela 1: Características principais das resinas compostas usadas

Material	Matriz polimérica	Carga	% Carga	Lote	Fabricante
Vit-lescence™	Bis-GMA	Estrôncio de vidro Boro silicato de alumínio com a part. de sílica 0.4 – 0.7 µm	58% vol. 75% peso	B2WT6	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Amelogen® Plus	Bis-GMA	Bário –Boro silicato de alumínio 0.4 – 0.7 µm	61% vol. 76% weight	B2XGJ	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Opallis	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Bário silicato de alumínio pigmentos de sílica silanizada e partículas de sílica 40 nm to 3.0µm	57-8% vol 78.5% to 79% peso	O90109	FGM Dental Products, Joinville, SC, Brazil
Filtek™ Z350	Bis-GMA Bis-Ema TEGDMA	Sílica primária (não-aglomerado). Tamanho médio de 20nm e aglomerados de zircônia e sílica com partículas entre 5 e 29nm formando aglomerados de 06 a 1.4µm	84.5% vol. 78.5% peso	6CY	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA

Tabela 2: Características das unidades polimerizadoras usadas nesse estudo

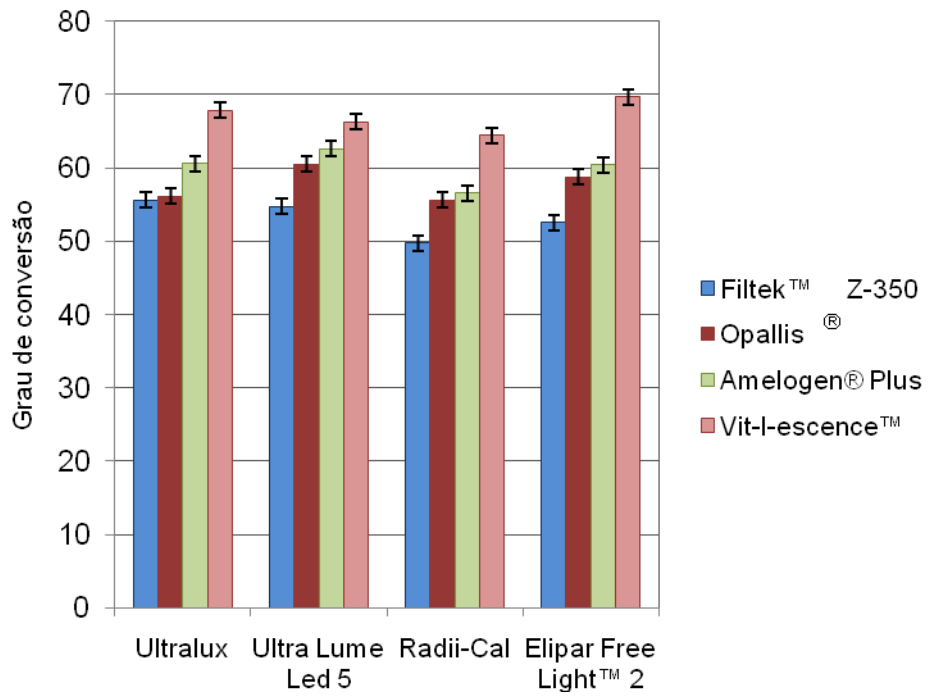
Unidade	No of LEDs	Faixa de comprimentos de onda	Intensidade	Diâmetro	Número de Serie	Fabricante
Ultra-Lume Led 5	05	370 - 500 nm	800 mW/cm ²	10 mm X 13 mm, oval	509510	Ultradent, South Jordan UTAH, USA
Raddi-Call	01	440nm - 480 nm	970 mW/cm ²	7mm, circular	4-15614	SDI Dental Product SDI, Bayswater, Vitoria, Australia
Elipar Free Light 2	01	430 - 480 nm	980 mW/cm ²	8 mm, circular	939826018134	3M ESPE Dental Products, St. Paul, MN, USA
Ultralux (QTH)	-----	400-500 nm	426 mW/cm ²	8 mm, circular	004366	Dabi Atlante, Ribeirão Preto, SP, Brazil

Tabela 3- Médias e desvios padrões ($\pm Dp$) para o grau de conversão

Unidade fotopolimerizadora (LCUs)	Resina composta	Média	($\pm Dp$)Dp
Ultralux	Filtek™ Z350	55.36	0.55 c
	Opallis	56.12	1.26 c
	Amelogen® Plus	60.53	1.37 ef
	Vit-l-escense™	67.82	0.60 lj
Ultra-Lume Led 5	Filtek™ Z350	54.71	0.36 bc
	Opallis	60.52	0.39 ef
	Amelogen® Plus	62.61	0.53 fg
	Vit-l-escense™	66.26	1.71 hi
Raddi-Call	Filtek™ Z350	49.77	1.10 a
	Opallis	55.56	0.66 c
	Amelogen® Plus	56.52	0.70 cd
	Vit-l-escense™	64.41	2.62 gh
Elipar FreeLight™ 2	Filtek™ Z350	52.50	0.70 b
	Opallis	58.77	0.29 de
	Amelogen® Plus	60.43	1.12 ef
	Vit-l-escense™	69.70	1.80 j

* médias com as mesmas letras não são significativamente diferentes pelo teste de Tukey em 5%

FIGURA 1



Lista de Tabelas

Tabela 1 – Características principais das resinas compostas usadas

Tabela 2 – Características das unidades fotopolimerizadoras usadas neste estudo

Tabela 3 – Médias e desvios padrão (\pm SD) para o grau de conversão

Lista de Figuras

Figura 1 – Representação gráfica das médias de amostras e intervalos de confiança de 95% para as médias populacionais do grau de conversão.

1. Dados para análise **Grau de Conversão**
Médias de 5 determinações em uma mesma amostra

Grupo	Luz	Resina	GC	
1	1	Ultralux SO	Filtek™Z 350	55,67
1	1		Filtek™Z 350	55,56
1	1		Filtek™Z 350	55,67
1	1		Filtek™Z 350	54,53
1	1		Filtek™Z 350	56,56
2	2	Ultralux SO	Opallis	54,90
2	2		Opallis	55,94
2	2		Opallis	54,99
2	2		Opallis	56,96
2	2		Opallis	57,80
3	3	Ultralux SO	Amelogen® Plus	59,92
3	3		Amelogen® Plus	59,12
3	3		Amelogen® Plus	62,75
3	3		Amelogen® Plus	60,16
3	3		Amelogen® Plus	60,71
4	4	Ultralux SO	Vit-I-escence™	68,64
4	4		Vit-I-escence™	67,10
4	4		Vit-I-escence™	67,53
4	4		Vit-I-escence™	68,19
4	4		Vit-I-escence™	67,62
5	5	UltraLume Led 5	Filtek™Z 350	54,29
5	5		Filtek™Z 350	55,14
5	5		Filtek™Z 350	54,87
5	5		Filtek™Z 350	54,87
5	5		Filtek™Z 350	54,37
6	6	UltraLume Led 5	Opallis	60,97
6	6		Opallis	60,70
6	6		Opallis	59,95
6	6		Opallis	60,35
6	6		Opallis	60,65
7	7	UltraLume Led 5	Amelogen® Plus	62,91
7	7		Amelogen® Plus	62,77
7	7		Amelogen® Plus	61,86
7	7		Amelogen® Plus	62,29
7	7		Amelogen® Plus	63,21
8	8	UltraLume Led 5	Vit-I-escence™	66,64
8	8		Vit-I-escence™	64,67
8	8		Vit-I-escence™	68,67
8	8		Vit-I-escence™	64,55
8	8		Vit-I-escence™	66,76

2. Dados para análise **Grau de Conversão**
Médias de 5 determinações em uma mesma amostra

Grupo	Luz	Resina	GC
9	Radii-Cal	FiltekTMZ 350	51,19
9		FiltekTMZ 350	49,92
9		FiltekTMZ 350	49,47
9		FiltekTMZ 350	50,10
9		FiltekTMZ 350	48,16
10	Radii-Cal	Opallis	55,93
10		Opallis	55,35
10		Opallis	55,37
10		Opallis	56,43
10		Opallis	54,69
12	Radii-Cal	Amelogen® Plus	56,26
12		Amelogen® Plus	57,66
12		Amelogen® Plus	56,62
12		Amelogen® Plus	55,83
12		Amelogen® Plus	56,20
13	Radii-Cal	Vit-I-escenceTM	62,54
13		Vit-I-escenceTM	67,23
13		Vit-I-escenceTM	63,01
13		Vit-I-escenceTM	62,00
13		Vit-I-escenceTM	67,28
14	Elipar Free LightTM2	FiltekTMZ 350	52,94
14		FiltekTMZ 350	53,08
14		FiltekTMZ 350	51,31
14		FiltekTMZ 350	52,68
14		FiltekTMZ 350	52,49
15	Elipar Free LightTM 2	Opallis	58,85
15		Opallis	58,36
15		Opallis	59,16
15		Opallis	58,71
15		Opallis	58,77
16	Elipar Free LightTM 2	Amelogen® Plus	61,93
16		Amelogen® Plus	60,97
16		Amelogen® Plus	59,37
16		Amelogen® Plus	60,62
16		Amelogen® Plus	59,28
17	Elipar Free Light TM2	Vit-I-escenceTM	68,21
17		Vit-I-escenceTM	69,21
17		Vit-I-escenceTM	72,83
17		Vit-I-escenceTM	69,16
17		Vit-I-escenceTM	69,06

ANEXO H

RGO-Normas para apresentação de trabalhos

Esta secção visa orientar a todo o dentista que pretende realizar um trabalho científico, no que tange a atividade de redação técnica, conforme regras da ABNT.

Não significa, no entanto, que os trabalhos recebidos e não enquadrados na normativa subsequente não sejam publicados, pois a RGO, dentro de seus princípios editoriais releva, basicamente, o conteúdo.

Fundamentando-se, principalmente, no incentivo à atividade científica dos dentistas brasileiros. As regras a seguir têm a finalidade educativa e não normativa; sugerindo-se seu seguimento.

REMESSA: Os trabalhos devem ser enviados á redação da revista (Caixa Postal 11091 em Porto Alegre/RS-Cep 90880-972), para: Dr. Ricardo Cauduro (Diretor Científico).

COMPOSIÇÃO: Apresentados em disquete ou CD-ROM, com uma cópia impressa, utilizando dos editores de texto mais usuais. Cada linha deverá ter 80 toques, cada página 30 linhas, e no máximo, 12 páginas. Acompanhar sempre uma carta de solicitação.

ILUSTRAÇÕES: As fotos, tabelas, gráficos, desenhos, etc..., devem ser enviadas em preto e branco, originais e com contraste perfeito (as fotos coloridas também serão aceitas). As ilustrações devem vir numeradas no verso, com as legendas datilografadas em folha separada e o autor deve indicar, no texto, a preferência do local de inserção da mesma, podendo ser modificado quando da diagramação e montagem (também incluir as ilustrações no disquete ou CD). Não serão aceitos slides, transparências, radiografias...

ESTRUTURAÇÃO: Título: Deve ter, no máximo, 60 letras, com tradução para o inglês podendo ser complementado por um subtítulo sem limitação, com um corpo de menor dimensão gráfica.

Sinopse: Apresentação concisa do trabalho, permitindo ao leitor decidir sobre o interesse de sua leitura (não é igual ao resumo).

Autor(es): Nome completo seguindo da sua titulação principal (máximo de 6 autores).

Texto: Distribuído em introdução, material e método (nos casos clínicos e revisões podem estar ausentes ou substituídos), resultados, discussão, conclusões (estes 3 últimos podem ser agrupados 2 a 2), resumo em português e em inglês (summary) e descritores*.

Descritores: (palavras-chave) palavras ou expressões que identifiquem o conteúdo do artigo. Consultar a lista de “Descritores em Ciência da Saúde-Decs” elaborado pela BIREME. Utilizar, no máximo, 3 descritores. Também devem vir traduzidos para o inglês (keywords).

Referências: Devem ser ordenadas em ordem alfabética e numeradas, com citação no texto. Seguir as normas da ABNT com simplificações.

Os títulos de periódicos serão abreviados conforme o “Index to Dental Literature”.

Utilizar, no máximo, 25 referências atualizadas.

PUBLICAÇÃO: Após 30 a 60 dias do recebimento dos originais, o autor principal receberá ofício sobre aceitação ou não.

Quando da publicação, poderão ser feitas pequenas alterações para adequações editoriais.

Uma possível demora na publicação não significa descaso, mas apenas uma espera subsequente dentro da respectiva especialidade, pelo grande acúmulo de trabalhos em expectativa de edição.

SEPARATAS: A RGO também oferece a opção de publicação especial em forma de separatas adicionais, ao custo de

R\$0,53/ed.-exemplar (4 páginas), multiplicado pelo número total de exemplares.

Information for Authors

The **AMERICAN JOURNAL OF DENTISTRY** is published six times a year in February, April, June, August, October and December by *Mosher & Linder, Inc.*

The **AJD** invites submission of research manuscripts and reviews related to the clinical practice of dentistry. Manuscripts are considered for publication with the understanding that they have not been published elsewhere in any form or any language, are submitted solely to the **AJD**, and if accepted for publication in the **AJD**, they will not be published elsewhere in the same form or in any other language, without the consent of the Editor. Manuscripts are reviewed by at least two referees.

Statements and opinions expressed in the articles and communications herein are those of the author(s) and not necessarily those of the Editor, Managing Editor, Editorial Board members or publisher of the **AMERICAN JOURNAL OF DENTISTRY**.

All correspondence from the Editorial Office will be made with the designated Corresponding Author unless otherwise specified in a letter by the authors.

PREPARATION OF MANUSCRIPTS. Papers should be written in proper American English, double spaced, with liberal margins, and **only submitted by E-mail to the Editor**, with the text and tables in Microsoft Word files and illustrations in JPEG image format.

Papers reporting results of original research should be divided into Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Acknowledgements (if any), and References.

CLINICAL RESEARCH PAPERS. Need to follow the CONSORT Statement (Needleman I, *et al. Am J Dent* 2008;21: 7-12).

COPYRIGHT RELEASE. The following statement, signed by all authors, should accompany all manuscripts:

"All manuscript's copyright ownership is transferred from the author(s) of the article (title of article), to the American Journal of Dentistry in the event the work is published. The manuscript has not been published in any form or any language and is only submitted to the American Journal of Dentistry".

TITLE PAGE should include the title of the manuscript, author(s) full name(s) and degree(s), affiliation to institution or private practice, designation and address of corresponding author, telephone and fax numbers and e-mail address.

ABSTRACT PAGE should follow the title page and only contain: the title of the manuscript, the abstract and the clinical significance sections. On the abstract page, the name(s) of the author(s) should not appear. The abstract should have the following sections: Purpose, Methods, and Results.

CLINICAL SIGNIFICANCE. As a separate sentence after the abstract, a short statement should highlight the clinical significance of the manuscript.

REFERENCES. All references and only those cited in the text should appear in the list of references. They should be numbered consecutively as they appear in the text of the paper. Reference formatting programs should not be used.

When a paper cited has three or more authors, it should appear in the text thus: Gwinnett *et al.* In the Reference section, article references must include the names and initials of all the authors, the full title of the paper, the

abbreviated title of the journal, year of publication, the volume number, and first and last page numbers, *e.g.*:

Journals:

1. Thornton JB, Retief DH, Bradley EA. Marginal leakage of two glass ionomer cements: Ketac-Fil and Ketac-Silver. *Am J Dent* 1988; 1: 35-38.

Abstracts:

2. Alpeggiani M, Gagliani M, Re D. Operator influence using adhesive systems: One bottle vs. multi bottles. *J Dent Res* 1998;77: 942 (Abstr 2487).
Online abstracts:
3. Bayne SC, Wilder Jr AD, Perdigão J, Heymann HO, Swift EJ. 4-year wear and clinical performance of packable posterior composite. *J Dent Res* 2003;86 (Sp Iss A): (Abstr 0036).
3. Crim GA, Abbott LJ. Effect of curing time on marginal sealing by four dentin bonding agents. *Am J Dent*, In press.

Papers in the course of publication should only be entered in the references if they have been accepted for publication by a journal and then given in the standard manner in the text and in the list of references with the journal title, accompanied by "In press," *e.g.*:

3. Malone WFP, Koth DL. *Tylman's theory and practice of fixed prosthodontics*. St. Louis: Ishiyaku Euro-America, 1989; 110-123.
5. Ripa LW, Finn SB. The care of injuries to the anterior teeth of children. In: Finn SB. *Clinical pedodontics*. 4th ed, Philadelphia: WB Saunders, 1973; 125.

Book and monograph references should include author, title, city, publisher, year of publication, and page numbers, *e.g.*:

4. Malone WFP, Koth DL. *Tylman's theory and practice of fixed prosthodontics*. St. Louis: Ishiyaku Euro-America, 1989; 110-123.
 5. Ripa LW, Finn SB. The care of injuries to the anterior teeth of children. In: Finn SB. *Clinical pedodontics*. 4th ed, Philadelphia: WB Saunders, 1973; 125.
- Personal communications** should only appear in parentheses in the text and not in the list of references.
- ILLUSTRATIONS.** Illustrations should be numbered, provided with suitable legends, and kept to the minimum essential for proper presentation of the results. Color illustrations will be published at the authors' expense. Contact the Managing Editor at (954) 888-9101 or amjdent@amjdent.com.

Legends are required for all illustrations and should be typed as a group on a separate page. For photomicrographs, legends must specify original magnification and stain (if used).

TABLES should be logically organized and should supplement the information provided in the text. Each table should be typed on a separate page with the number, title and footnotes. Tables should be kept to the minimum essential for proper presentation of the results.

Permissions from author and publisher must be obtained for the direct use of previously published material including text, photographs, drawings, etc. The original permission should be then included with the manuscript.

REPRINTS. For reprints contact the Business Office at (954) 888-9101 or amjdent@amjdent.com.

ADDRESS. All manuscripts should be sent to the Editor at the following address:

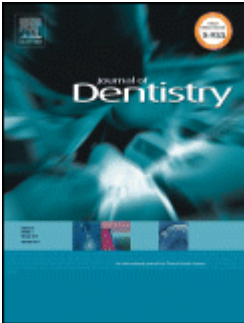
Dr. Franklin García-Godoy, Editor

American Journal of Dentistry

318 Indian Trace, #500 Weston, FL 33326, U.S.A.

E-mail: godoy@amjdent.com

Journal of Dentistry



ISSN: 0300-5712

Imprint: ELSEVIER

Guide for Authors

Submissions

The requirements for submission are in accordance with the "Uniform Requirements for Manuscripts Submitted to Biomedical Journals," *Annals of Internal Medicine*, 1977, **126**, 36-47.

Authors are requested to submit their original manuscript and figures via the online submission and editorial system for Journal of Dentistry. Using this online system, authors may submit manuscripts and track their progress through the system to publication. Reviewers can download manuscripts and submit their opinions to the editor. Editors can manage the whole submission/review/revise/publish process. Please register at: <http://ees.elsevier.com/jjod>

Authors unable to submit online should contact the Editorial office: Marie Dymond, Journal Manager, Journal of Dentistry, Elsevier, Bampfylde Street, Exeter, UK, EX1 2AH. JOD@elsevier.com TEL: +44 (0)1392 285809 Fax: +44 (0)1865 853132.

Contributions falling into the following categories will be considered for publication:

- Original Research Reports: maximum length 6 printed pages approximately 20 typescript pages, including illustrations and tables.
- Review articles: maximum length 10 printed pages, approximately 33 typescript pages, including illustrations and tables.
- Short communication for rapid publication: maximum length 2 printed pages, approximately 7 typescript pages, including illustrations.
- Letters providing informed comment and constructive criticism of material previously published in the Journal.

Authors are urged to write as concisely as possible.

Articles should be arranged in the following order. *Title, Summary, Introduction, Materials and Methods, Results, Discussion, Conclusions, Acknowledgements, References, Tables and Legends to Illustrations.*

Summary: should not exceed 250 words and should be presented under the following subheadings: Objectives,

Methods; Results; Conclusions (For Reviews: Objectives; Data; Sources; Study selection; Conclusions). These subheadings should appear in the text of the summary. Please repeat the title of the article at the top of the abstract page.

Introduction: must be presented in a structured format, covering the following subjects, although not under subheadings: succinct statements of the issue in question; the essence of existing knowledge and understanding pertinent to the issue; and the aims and objectives of the research being reported.

Keywords: up to 10 keywords should be supplied.

Abbreviations and acronyms: terms and names to be referred to in the form of abbreviations or acronyms must be given in full when first mentioned.

Units: SI units should be used throughout. If non-SI units must be quoted, the SI equivalent must immediately follow in parentheses.

The complete names of individual teeth must be given in the text. In tables and legends for illustrations individual teeth should be identified using the FDI two-digit system.

Illustrations: The following are acceptable ways to present illustrations: white card or plastic; high quality computer generated line drawings; unmounted glossy photographs.

Illustrations should be clearly labelled on the back with the title of the article, the figure number and an arrow to indicate the top edge.

When preparing illustrations authors should consider that the majority of illustrations will be reduced to the width of a single column (approximately 85 mm). Authors can indicate if they feel an illustration should be full page width.

All typescripts must be accompanied by a Permission Note. This is a letter signed by each author (not just the corresponding author), affirming that the paper has been submitted solely to *Journal of Dentistry* and that it is not concurrently under consideration for publication in another journal. All of the named authors should have been involved in the work leading to the publication of the paper and should have read the paper before it is submitted for publication.

Offprints and page charges: no page charges are levied on articles published in *Journal of Dentistry*. The corresponding author, at no cost, will be provided with a PDF file of the article via e-mail. The PDF file is a watermarked version of the published article and includes a cover sheet with the journal cover image and a disclaimer outlining the terms and conditions of use.

The Editor and Publisher reserve the right to make such corrections to typescripts as may be necessary for clarity of expression, or to conform to the style required.

Notes for Typescript Preparation

- To facilitate anonymity the authors' names and any reference to their addresses should only appear on the title page.

The title page should contain the following information:

- Title of paper
- Short title
- Name(s) and address(es) of author(s)
- Name, address, telephone, fax and e-mail of the corresponding author
- Up to 10 keywords

Spelling: International English.

Legends to illustrations should be typed on a separate sheet.

References: These should appear in the text in numerical order and should follow a modified form of the Vancouver Reference system (details may be found at <http://www.icmje.org/index.html#reference>). Please note that the house style of the *Journal of Dentistry* is different from the standard Vancouver reference style in that it includes:

- to refer to the name of the Journal in full
- to put the name of the Journal in Italics
- to put the volume number in bold

Examples as follows

Burrow MF, Tagami J, Negishi T. Early tensile bond strengths of several enamel and dentin bonding systems. *Journal of Dental Research* 1994; **74**:522-28. Phillips SJ, Whisnant JP. The role of dentine under restorations. In: Laragh JH, Brenner BM, editors. *The science of restorative dentistry*. 2nd ed. Oxford: Elsevier; 2003. p.266-78.

If there are seven or more authors please list the first six and et al., otherwise list all authors. Journal titles should be given in full.

Randomised controlled trials: All randomised controlled trials submitted for publication in Journal of Dentistry should include a completed Consolidated Standards of Reporting Trials (CONSORT) flow chart. Please refer to the CONSORT statement website at <http://www.consort-statement.org> for more information. Journal of Dentistry has adopted the proposal from the International Committee of Medical Journal Editors (ICMJE) which require, as a condition of consideration for publication of clinical trials, registration in a public trials registry. Trials must register at or before the onset of patient enrolment. The clinical trial registration number should be included at the end of the abstract of the article. For this purpose, a clinical trial is defined as any research study that prospectively assigns human participants or groups of humans to one or more health-related interventions to evaluate the effects of health outcomes. Health-related interventions include any intervention used to modify a biomedical or health-related outcome (for example drugs, surgical procedures, devices, behavioural treatments, dietary interventions, and process-of-care changes). Health outcomes include any biomedical or health-related measures obtained in patients or participants, including pharmacokinetic measures and adverse events. Purely observational studies (those in which the assignment of the medical intervention is not at the discretion of the investigator) will not require registration. Further information can be found at <http://www.icmje.org>

Disclosure of Clinical Trial Results: In line with the position of the International Committee of Medical Journal Editors, the journal will not consider results posted in the same clinical trials registry in which primary registration resides to be prior publication if the results posted are presented in the form of a brief structured (less than 500 words) abstract or table. However, divulging results in other circumstances (eg, investors' meetings) is discouraged and may jeopardise consideration of the manuscript. Authors should fully disclose all posting in registries of results of the

same or closely related work.

Patient consent: Studies on patients or volunteers require ethics committee approval and informed consent which should be documented in your paper. Patients have a right to privacy. Therefore identifying information, including patients' images, names, initials, or hospital numbers, should not be included in videos, recordings, written descriptions, photographs, and pedigrees unless the information is essential for scientific purposes and you have obtained written informed consent for publication in print and electronic form from the patient (or parent, guardian or next of kin where applicable). If such consent is made subject to any conditions, Elsevier must be made aware of all such conditions. Written consents must be provided to Elsevier on request. Even where consent has been given, identifying details should be omitted if they are not essential. If identifying characteristics are altered to protect anonymity, such as in genetic pedigrees, authors should provide assurance that alterations do not distort scientific meaning and editors should so note. If such consent has not been obtained, personal details of patients included in any part of the paper and in any supplementary materials (including all illustrations and videos) must be removed before submission.

Proofs: Proofs will be sent to the author (first-named author if no corresponding author is identified on multi-authored papers) by PDF wherever possible and should be returned within 48 hours of receipt, preferably by e-mail. Corrections should be restricted to typesetting errors; any other amendments made may be charged to the author. Any queries should be answered in full. Elsevier will do everything possible to get your article corrected and published as quickly and accurately as possible. Therefore, it is important to ensure that all of your corrections are returned to us in one all-inclusive e-mail or fax. Subsequent additional corrections will not be possible, so please ensure that your first communication is complete.

Should you choose to mail your corrections, please return them to: Log-in Department, Elsevier, Stover Court, Bampfylde Street, Exeter, Devon EX1 2AH, UK.

Funding body agreements and policies

Elsevier has established agreements and developed policies to allow authors whose articles appear in journals published by Elsevier, to comply with potential manuscript archiving requirements as specified as conditions of their grant awards. To learn more about existing agreements and policies please visit

☞ <http://www.elsevier.com/fundingbodies>

Autorizo a reprodução deste trabalho
(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 23 de março de 2010

Benícia Carolina Iaskieviscz Ribeiro