

UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

PATRÍCIA ALVES FERREIRA AMATO

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE
FOTOATIVAÇÃO NO GRAU DE CONVERSÃO E DUREZA DE
RESINAS ORTODÔNTICAS**

Araraquara

2012

UNESP - UNIVERSIDADE ESTADUAL PAULISTA
FACULDADE DE ODONTOLOGIA DE ARARAQUARA

PATRÍCIA ALVES FERREIRA AMATO

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE
FOTOATIVAÇÃO NO GRAU DE CONVERSÃO E DUREZA DE
RESINAS ORTODÔNTICAS**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas – Área de Ortodontia, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista, para obtenção do título de Mestre em Ciências Odontológicas.

Orientadora: Profa. Dra. Lídia Parsekian Martins

Co-Orientador: Dr. Renato Parsekian Martins

Araraquara

2012

Amato, Patrícia Alves Ferreira

Influência de diferentes protocolos de fotoativação no grau de conversão e dureza de resinas ortodônticas / Patrícia Alves Ferreira Amato.-- Araraquara: [s.n.], 2012.

100 f. ; 30 cm.

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

Orientadora: Profa. Dra. Lídia Parsekian Martins

Co-Orientador: Prof. Dr. Renato Parsekian Martins

1. Ortodontia 2. Cura luminosa de adesivos dentários 3. Luzes de cura dentária 4. Tempo de exposição 5. Espectroscopia infravermelho transformada de Fourier 6. Propriedades físicas e químicas.

I. Título

Ficha catalográfica elaborada pela Bibliotecária Marley C. Chiusoli Montagnoli, CRB-8/5646

Serviço Técnico de Biblioteca e Documentação da Faculdade de Odontologia de Araraquara / UNESP

PATRÍCIA ALVES FERREIRA AMATO

**INFLUÊNCIA DE DIFERENTES PROTOCOLOS DE FOTOATIVAÇÃO NO
GRAU DE CONVERSÃO E DUREZA DE RESINAS ORTODÔNTICAS**

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: **Profa. Dra. Lídia Parsekian Martins**

2º Examinador: **Prof. Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz**

3º Examinador: **Profa. Dra. Mírian Aiko Nakane Matsumoto**

Araraquara, 21 de setembro de 2012.

DADOS CURRICULARES

PATRÍCIA ALVES FERREIRA AMATO

Nascimento 5/06/1980 – Mococa/SP

Filiação Augusto Celso Scarparo Amato

Ismênia Alves Ferreira Amato

1999/2002 Curso de Graduação em Odontologia

Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - USP

2006/2009 Curso de Especialização em Ortodontia

Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto - USP

2010/2012 Curso de Pós-Graduação em Ciências

Odontológicas, nível Mestrado, área de Ortodontia,

Faculdade de Odontologia de Araraquara – UNESP

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A Deus,

Pela presença em minha vida e pelas bênçãos concedidas todos os dias. Por me amparar e me guiar principalmente nos momentos difíceis, me dando força e serenidade para seguir em frente.

Aos meu pais,

Ismênia Alves Ferreira Amato e **Augusto Celso Scarparo Amato**, pela imensidão de amor, união, força e dedicação aos seus filhos! Não existem palavras para agradecer o incentivo e o apoio incondicional nesta etapa e em todos os momentos da minha vida! Amo vocês!

Aos meus irmãos, **Cristiana Alves Ferreira Amato** e **Augusto Celso S. Amato Filho**, meu cunhado **Daniel Martins Coelho** e minha cunhada **Fabiana do Amaral Banzato Amato** por estarem por perto em todos os momentos, repletos de conselhos, apoios, incentivos e torcidas, regados com muito carinho e alegria. Amo vocês!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha Orientadora,

Profa. Dra. Lídia Parsekian Martins pelo incentivo inicial para permanecer e trilhar este caminho. Pela oportunidade ímpar de ser sua orientada e poder partilhar de seus ensinamentos e de seu exemplo de dedicação ao trabalho marcado pela generosidade e bondade. Muito obrigada por todo o enriquecimento na minha formação profissional e pessoal e por toda a atenção e carinho a mim dispensados em todos os momentos!

Ao meu Co-Orientador,

Dr. Renato Parsekian Martins, pelo exemplo de determinação e dedicação à pesquisa. Por toda a orientação na realização deste trabalho, ensinamentos compartilhados e pelo carinho e paciência a mim dispensados em todos os momentos. Agradeço também a inestimável contribuição para a conclusão deste trabalho.

Um aprendizado que levarei para toda a minha vida! Meus sinceros agradecimentos e profundo, respeito, carinho e admiração. Muito obrigada!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À **Faculdade de Odontologia de Araraquara** da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - UNESP, na pessoa da atual Diretora **Prof. Profa. Dra. Andreia Afonso Barreto Montadon** e Vice-Diretora **Profa. Dra. Elaine Maria Sgavioli Massucato**.

Ao **Departamento de Clínica Infantil** da Faculdade de Odontologia de Araraquara, na pessoa de Chefe de Departamento **Prof^a. Dr^a. Lídia Parsekian Martins** e pelo Vice-Chefe **Prof. Dr. Fábio César Braga de Abreu e Lima**.

À **Coordenação do Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas**, na pessoa da Coordenadora **Profa. Dra. Josimeri Hebling Costa** e do Vice-Coordenador **Prof. Dr. Edson Alves de Campos** pela oportunidade de participar deste conceituado programa.

Ao **Prof. Dr. Ary Dos Santos Pinto**, **Prof. Dr. Dirceu Barnabé Raveli**, **Prof. Dr. João Roberto Gonçalves** e **Prof. Dr. Luiz Gonzaga Gandini Júnior**, **Prof. Dr. Maurício Tatsuei Sakima** exemplos de dedicação ao trabalho e ao ensino da Ortodontia, Meus sinceros agradecimentos pelos ensinamentos transmitidos que tanto contribuíram para a minha formação científica, profissional e pessoal. Obrigada pelo carinho com que sempre me receberam! Foi muito bom o convívio com vocês! Meu profundo respeito e admiração.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Aos docentes da Disciplina de Odontopediatria da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, **Profa. Dra. Angela Cristina Cilense Zuanon**, **Prof. Dr. Cyneu Aguiar Pansani**, **Profa. Dra. Elisa Maria Aparecida Giro**, **Prof. Dr. Fábio César Braga De Abreu e Lima**, **Profa. Dra. Josimeri Hebling Costa**, **Profa. Dra. Lourdes Aparecida Martins Dos Santos Pinto**, **Profa. Dra. Rita De Cássia Loiola Cordeiro**, pelos conhecimentos compartilhados e agradável convivência. E em especial à **Profa. Dra. Josimeri Hebling Costa** e **Prof. Dr. Fábio César Braga De Abreu e Lima**, pelo apoio e atenção concedidos.

Ao **Prof. Dr. Carlos Alberto dos Santos Cruz**, pela colaboração oferecida, por compartilhar seus conhecimentos, pela participação e por me guiar na análise dos resultados e pelo carinho com que sempre me recebeu. Muito obrigada!

À **Profa. Marisa Veiga Capela** pela colaboração com a análise estatística, conhecimentos transmitidos, atenção e carinho dedicados a mim. Muito obrigada!

À **Profa. Alessandra Nara de Souza Rastelli**, pelos ensinamentos transmitidos e por proporcionar o primeiro contato com o FT-IR.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Ao amigo **Hermes Pretel** pela participação nesta pesquisa, apoio, e carinho. Foi muito bom reencontrá-lo!

Ao **Alexandre Gatti** pelos conhecimentos transmitidos, participação e toda a disponibilidade oferecida nesta pesquisa. Muito obrigada!

Ao **Prof. Dr. Sidney José Lima Ribeiro**, por disponibilizar o Laboratório de Espectroscopia no Infravermelho do Instituto de Química –Araraquara, da Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - UNESP para que eu desenvolvesse minha pesquisa e ao **Fermínio César Polachini, Irene Alves Assumpção Costa, Sérgio Luiz Scarpari e Tâmara Joice de Oliveira** por não medirem esforços para me auxiliar no trabalho prático da análise do grau de conversão e por sempre me receberem com alegria! Minha profunda gratidão!

Às amigas de turma de Mestrado, **Ana Patrícia De Souza Pereira, Cibele Braga de Oliveira, Karla Carpio, Kélei Cristina de Matias Almeida, Liliane de Carvalho Rosas Gomes, Vanessa Barbosa da Silva**, pelas experiências compartilhadas, apoio, carinho, amizade e alegre convivência! Tenham a certeza de que levo algo especial de cada uma de vocês!

Aos Pós-Graduandos **Sergei Godeiro F. R. Caldas e Alexandre Antonio Ribeiro** por toda a ajuda oferecida!

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Às amigas pós-graduandas **Amanda Fahning Ferreira Magno** e **Marcela Cristina Damião Andrucioni**, as quais acompanho há alguns anos como exemplos de dedicação à ortodontia, pela alegria de tê-las por perto nesta etapa importante da minha vida, compartilhando seus conhecimentos e experiências profissionais e de vida, pelo incentivo, ajuda e conselhos nas horas difíceis e pela grande e alegre amizade! Obrigada por tudo!

À querida amiga **Carolina Barreto** por estar presente com sua amizade, carinho, incentivo e apoio técnico! Obrigada por tudo, amiga!

A todos os **pós-graduandos, colegas de outras turmas de mestrado e doutorado**, pela satisfação de conhecê-los e poder partilhar conhecimentos e uma harmoniosa convivência!

Ao Prof. Dr. Adílson Thomazinho, Profa. Dra. Mírian Aiko Nakane Matsumoto, Prof. Dr. José Tarcísio Lima Ferreira, Prof. Dr. Ademar Valente, Profa. Marcela Cristina Damião Andrucioni, Prof. Marcelo Mestriner, Profa. Dra. Carla Enoki Itikawa, Profa. Elizabeth Norie Morizono e, Prof. Eduardo Teixeira, pela grande dedicação ao ensino da Ortodontia e por terem sido a base para a minha formação profissional! Obrigada pelos ensinamentos transmitidos e todas as experiências compartilhadas! Em especial à **Profa. Dra. Mírian Aiko Nakane Matsumoto**, por me apoiar em meus

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

caminhos desde a época da graduação e também ao **Prof. Dr. José Tarcísio Lima Ferreira** por sempre me incentivarem, por todos os exemplos profissionais e humanos dados e essenciais ao meu crescimento pessoal e profissional. Também não poderia deixar de agradecer a grande atenção, carinho e amizade! Por tudo o que significam para mim, meu profundo respeito, admiração e gratidão!

A todos os funcionários da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, sempre muito cordiais e prestativos, em especial à **Ceres Maria Carvalho Galvão de Freitas, Dulce Helena de Oliveira, José Alexandre Garcia, Mara Cândida Munhoz do Amaral, Marley Cristina Chiusoli Montagnoli, Sonia Maria Tircailo** pelo auxílio prestado durante todo o curso e pela atenção e disposição em sempre ajudar. Muito obrigada!

A mente que se abre para uma nova ideia jamais
voltará ao seu tamanho original.

Albert Einstein

SUMÁRIO

RESUMO.....	13
ABSTRACT.....	16
1 INTRODUÇÃO.....	19
2 PROPOSIÇÃO.....	25
3 ARTIGO 1.....	27
4 ARTIGO 2.....	50
5 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	68
6 REFERÊNCIAS.....	71
7 APÊNDICE.....	77

Amato PAF. Influência de diferentes protocolos de fotoativação no grau de conversão e dureza de resinas ortodônticas [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2012

RESUMO

A presente Dissertação foi composta de dois estudos. O primeiro estudo avaliou in vitro a influência de diferentes tempos de exposição e potências, mantendo-se a mesma energia total, no grau de conversão (GC) e dureza superficial Knoop de três resinas ortodônticas (Transbond XT, Opal Bond MV e Transbond Plus Color Change) fotoativadas por um LED de 3^a geração. A análise do GC foi realizada pelo método de Espectroscopia de infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR) em nove grupos (n=5) e a dureza superficial Knoop também foi avaliada em nove grupos (n=15), sendo todos os grupos divididos de acordo com as resinas, potências e tempos utilizados. O segundo estudo comparou o GC de duas resinas ortodônticas (Transbond XT e Opal Bond MV) fotoativadas por um LED de 2^a geração e um de 3^a geração dada uma mesma densidade de energia. A análise do GC foi realizada pelo método de Espectroscopia infravermelho por transformada de Fourier (FT-IR) em quatro grupos (n=5) divididos de acordo com as resinas e gerações de LED utilizados. Os valores obtidos nos dois estudos foram analisados pelo teste ANOVA de dois níveis. No primeiro

estudo, as resinas apresentaram iguais graus de conversão quando fotoativadas pelos tempos T1(8,5s) e T2(6s) e menor grau de conversão em T3 (3s). A resina Transbond Plus Color Change apresentou maior grau de conversão, seguido pela Opal Bond MV cujo grau de conversão foi maior que o da Transbond XT. As resinas apresentaram menor dureza quando fotoativadas pelo tempo T1 (8,5s), mas não houve diferença entre os tempos T2 (6s) e T3 (3s). A resina Transbond Plus Color Change apresentou maior dureza superficial do que a Opal Bond MV, sendo ambos os grupos mais duros do que Transbond XT. Foi detectada interação entre as resinas e os tempos utilizados na dureza das resinas. No segundo estudo, não houve diferença entre os graus de conversão das resinas testadas quando fotoativadas pelo LED de 2ª geração e 3ª geração, porém houve diferença entre os graus de conversão entre as duas resinas, a Opal Bond MV apresentou maior grau de conversão do que a Transbond XT. No primeiro estudo, pode-se concluir que, a polimerização com variação da potência e do tempo, mantendo a energia total constante, interfere no grau de conversão e dureza das três resinas ortodônticas estudadas. O tempo pode ser diminuído e a potência aumentada sem efeito negativo entre os tempos T1 e T2, porém, causando pequena diminuição no grau de conversão no tempo T3. Em relação à dureza superficial, há um efeito positivo quando o tempo é diminuído. No segundo estudo pode-se concluir que dada uma mesma densidade de energia, não houve influência do LED de 2ª e 3ª geração no

grau de conversão das resinas ortodônticas testadas, porém, estas apresentaram diferentes graus de conversão entre si, sendo que a resina Opal Bond MV apresentou maior grau de conversão em relação à resina Transbond XT.

Palavras-chave: Ortodontia, Cura luminosa de adesivos dentários, Luzes de cura dentária, Tempo de exposição, Espectroscopia infravermelho por transformada de Fourier, Propriedades físicas e químicas.

Amato PAF. Influence of different curing protocols in degree of conversion and hardness the resins orthodontics. [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2012

ABSTRACT

The present dissertation consisted of two studies. The first study was aimed at assessing in vitro the influence of different exposure times and potencies, keeping the same total energy, on the degree of conversion and Knoop surface micro-hardness of three orthodontic resins (Transbond XT, Opal Bond MV, and Transbond Plus Colour Change) light-cured with a third-generation LED unit. The second study was aimed at comparing the degree of conversion of two orthodontic resins (Transbond XT and Opal Bond MV) light-cured by using 2nd and 3rd generation LED units operating at the same power density. In the first study, the degree of conversion was assessed by using the Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) in nine groups (n = 15), whereas the Knoop surface micro-hardness was assessed in nine groups, with groups being divided according to the resins, potency and exposure time. In the second study, the degree of conversion was also assessed by using FT-IR in four groups (n = 5) divided according to resins and LEDs used. The values obtained were analysed with two-tailed ANOVA. Resins light-cured at T1 (8.5s) and T2 (6s) showed the same values for degree of conversion, but a lower

value at T3 (3s). The Transbond Plus Colour Change resin showed the highest degree of conversion, followed in the order by Opal Bond MV and Transbond XT ones. Resins showed a decreased micro-hardness when light-cured at T1 (8.5s), but no difference was found between T2 (6s) and T3 (3s). The Transbond Plus Colour Change resin showed a greater surface micro-hardness than the Opal Bond MV resin, with both groups being harder than the Transbond XT resin. A relationship between resins and exposure time was found regarding the micro-hardness of these materials. No difference was found between the degrees of conversion of the resins light-cured with 2nd and 3rd generation LEDs, although Opal Bond MV resin had a higher degree of conversion compared to the Transbond XT one. In the first study, one can conclude that variation in potency and exposure time interferes with the degree of conversion and micro-hardness of the three orthodontic resins during their polymerization, even keeping the total energy constant. Exposure time can be reduced and potency increased without having a negative effect between T1 and T2, despite causing a small decrease in the degree of conversion at T3. Also, there is a positive effect on the surface micro-hardness when exposure time is reduced. In the second study, one can conclude that 2nd and 3rd generation LEDs had no influence on the degree of conversion of orthodontic resins when operating at the same power potency, although the resins have different degrees of conversion compared to each other.

Key-words: Orthodontics, Light-curing of dental adhesives, Dental light-curing units, Exposure time, Fourier transform infrared spectroscopy, Physical and chemical properties.

1 INTRODUÇÃO

O sucesso do tratamento ortodôntico depende substancialmente da colagem dos braquetes aos dentes, pois uma alta taxa de descolagem prejudica o progresso do tratamento, além de ser dispendioso em termos de materiais e tempo ³⁴. Os braquetes permanecem por um longo período na cavidade bucal e são submetidos à inúmeras forças, resultando em uma complexa incidência de tensões na resina ortodôntica e suas interfaces de união, braquete e superfície dentária ³⁴. Portanto, é necessário que as resinas apresentem propriedades físico-químicas finais satisfatórias, as quais são influenciadas pela cinética de fotopolimerização.

A reação de fotopolimerização das resinas ortodônticas é iniciada quando os fotoiniciadores, elementos químicos contidos nas mesmas, absorvem energia emitida por uma fonte de luz. Após esta absorção, tornam-se ativados e promovem a quebra de duplas ligações entre carbonos presentes nos monômeros, moléculas de cadeia longa, que compõem a matriz orgânica da resina. Esta ruptura permite a ligação entre eles, os quais são convertidos em polímeros, uma rede tridimensional de ligações cruzadas ^{35, 37}.

A fotopolimerização da resina pode ser avaliada pelo grau de conversão, quantidade em porcentagem de ligações duplas entre

carbonos quebradas durante a reação de fotopolimerização. Idealmente, a resina composta teria todos os seus monômeros convertidos em polímero³⁶ porém, monômeros residuais permanecem no produto final^{4, 6, 11, 12, 23}. Um grau de conversão de 55% a 75% foram observados em resina dimetacrilato sob condições de fotopolimerização convencional, luz halógena a 40s e temperatura ambiente^{8, 38}.

O grau de conversão é um fator que afeta o desempenho clínico da resina composta, uma vez que, está relacionado às melhores propriedades físico-químicas do material^{14, 28, 31}. Além disso, um baixo grau de conversão tem sido associado às reações biológicas adversas, pois, monômeros residuais presentes na resina são liberados^{10, 29, 33} estimulando o crescimento de bactérias ao redor de restaurações¹³ e promovendo efeito citotóxico em células humanas^{1, 9, 17}.

Estudos observaram que resinas compostas apresentaram diferentes graus de fotopolimerização dada uma mesma condição^{6, 11, 19, 28}. Este fato está relacionado à composição química da resina, uma vez que, a concentração, estrutura química^{11 3} e viscosidade dos monômeros,^{16 30} bem como o tipo¹⁵ e concentração dos fotoiniciadores²⁰ presentes na matriz orgânica influenciam diretamente a cinética de fotopolimerização.

O grau de conversão também é influenciado pela fonte de luz⁵. Este deve possuir potência suficiente e espectro de emissão de luz compatível ao espectro de absorção dos fotoiniciadores para que sejam

eficientemente ativados e para que ocorra uma adequada polimerização

38

A fonte de luz LED (Light-emitting-diode) tem sido a tecnologia mais utilizada na fotopolimerização de materiais fotossensíveis, pois é uma fonte de luz eficiente com bom custo-benefício ²⁶. A primeira geração de LED emitia luz com curto espectro de emissão na faixa de 420nm a 490nm coincidente com espectro de absorção máxima da canforoquinona (468nm) ⁷, o fotoiniciador mais utilizado nas resinas compostas. Entretanto, apresentava baixa potência, logo, seu potencial de fotopolimerização era menor do que a luz halógena, fonte de luz mais utilizada na época ⁷.

Após alguns anos surgiu a 2ª geração de LED, caracterizada por apresentar grande aumento na potência, porém, o curto espectro de emissão continuou existindo, sendo possível apenas a polimerização de resinas compostas com canforoquinona. Isso era uma desvantagem, já que fotoiniciadores alternativos, trimethylbenzoyl-diphenylphosphine oxide (TPO) e fenil propanodiona (PPD), com espectro de absorção de luz entre 390nm a 410nm, começaram a ser desenvolvidos em busca de melhores propriedades estéticas ², e de maior eficiência na reação de fotopolimerização ²². Portanto, a fim de permitir a fotopolimerização dos materiais restauradores com todos os fotoiniciadores, produziu-se um LED de alta potência com saída de luz em dois picos de comprimento de onda por volta de 400nm e 465nm, dando origem à 3ª geração desses

aparelhos ²⁷. Deste modo, a utilização do LED de 3ª geração na fotopolimerização das resinas compostas parece ser interessante, uma vez que muitas vezes o fabricante não informa o fotoiniciador utilizado ²⁸.

Estudos compararam a influência do LED de 2ª e 3ª geração no grau de conversão de resinas compostas ^{19, 24, 25, 28}. No entanto, não levaram em consideração a diferente potência dos aparelhos, o que pode ter influenciado o resultado, uma vez que melhores propriedades físico-químicas são alcançadas quando maior energia é emitida ^{12, 23}, a qual é calculada pelo produto da potência da fonte de luz e tempo de exposição.

O aumento da potência dos fotopolimerizadores permitiu a diminuição do tempo de exposição ¹⁸, uma relação vantajosa, pois dispensaria menos tempo à colagem ortodôntica ³². No entanto, a influência da alta potência dos fotopolimerizadores e baixo tempo de exposição nas propriedades físico-químicas das resinas é contraditório na literatura ^{4, 5, 21, 23, 36}. A maioria dos estudos comparou diferentes fontes de luz como luz halógena, arco de plasma e LED, os quais apresentam diferentes características, espectro de emissão de luz, e potências, fatores que podem ter interferido no resultado não oferecendo conclusões definitivas sobre o assunto.

Deste modo, uma vez que, diversos fatores influenciam a cinética de fotopolimerização e conseqüentemente as propriedades físico-químicas das resinas ortodônticas, o objetivo deste estudo foi avaliar, in

vitro, o grau de conversão e a dureza de três resinas ortodônticas, Transbond XT, Opal Bond MV e Transbond Plus Color Change, utilizando diferentes protocolos de fotoativação com LED de 2^a e 3^a geração.

2 PROPOSIÇÃO

2.1 OBJETIVO GERAL

Avaliar in vitro a influência de diferentes protocolos de fotoativação por LED de 2ª e 3ª geração no grau de conversão e dureza de resinas ortodônticas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

Estudo 1:

Avaliar a influência da diminuição do tempo de exposição e aumento da potência, mantendo-se a energia total, no grau de conversão e dureza superficial de três resinas ortodônticas fotoativadas por LED de terceira geração.

Estudo 2:

Avaliar a influência da fotoativação por LED de 2ª e 3ª geração, com a mesma densidade de energia, no grau de conversão de três resinas ortodônticas.

3 ARTIGO 1

DIMINUIÇÃO DO TEMPO DE FOTOATIVAÇÃO MANTENDO A ENERGIA: INFLUÊNCIA NO GRAU DE CONVERSÃO E DUREZA DE RESINAS ORTODÔNTICAS

Artigo a ser submetido ao periódico American Journal Orthodontics and Dentofacial Orthopedics.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi verificar a influência da diminuição do tempo de exposição (T1= 8,5s, T2=6s e T3=3s) e aumento da potência, mantendo constante a energia total, no grau de conversão (GC) e dureza superficial de três resinas ortodônticas sendo, Transbond XT (3M Unitek, Monrovia, CA, EUA), Opal Bond MV (Ultradent, South Jordan, UT, EUA) e Transbond Plus Color Change (3M Unitek, Monrovia, CA, EUA) fotopolimerizadas por um LED de 3ª geração (Valo, Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, EUA). O GC foi avaliado pelo método de Espectroscopia de Infravermelho Transformada de Fourier (FT-IR) e a dureza foi avaliada pelo teste de dureza superficial Knoop. Os valores obtidos para cada grupo foram analisados pelo teste ANOVA de dois níveis. Houve diferença no grau de conversão das resinas testadas nos diferentes tempos e potências ($p < .01$). As resinas apresentaram iguais graus de conversão quando fotopolimerizadas pelos tempos T1 (80,7 %) e T2 (79,0%) e menor grau de conversão em T3 (75,0%). Entre as resinas, houve diferença no grau de conversão, pois a Transbond Plus Color Change apresentou maior grau de conversão (87,2%), seguido pela Opal Bond MV (83,5%) e da Transbond XT (64,0%). Houve diferenças na dureza superficial quando os diferentes tempos foram utilizados ($p < .01$). As resinas apresentaram menor dureza quando fotopolimerizadas pelo

tempo T1 (35,2 KHN), mas não houve diferença entre os tempos T2 (41,6 KHN) e T3 (42,8 KHN). A resina Transbond Plus Color Change apresentou maior microdureza superficial (53,6 KHN) do que a Opal Bond MV (35,7 KHN), seguidos pela resina Transbond XT (30,0 KHN). Foi detectada interação entre a dureza das resinas e os tempos utilizados ($p < .01$). Em relação ao grau de conversão, pode-se diminuir e aumentar a potência, mantendo-se a mesma energia, sem efeito negativo nos tempos T1 e T2, porém, com uma pequena diminuição no tempo T3. A diminuição do tempo de exposição à luz teve efeito positivo na microdureza superficial das resinas testadas. A resina Transbond Plus Color Change apresentou maior grau de conversão e microdureza superficial.

Palavras-chave: Resina composta, Resina ortodôntica, Fotopolimerização, Potência, Energia total, Grau de conversão, FT-IR , Dureza.

INTRODUÇÃO

A fotopolimerização das resinas ortodônticas utilizadas nos dias de hoje inicia-se quando os fotoiniciadores contidos nas mesmas absorvem a energia emitida pela fonte de luz. Estes são elementos químicos que reagem com ligações duplas entre carbonos presentes nos monômeros

convertendo-os em polímeros, no processo de polimerização das resinas^{1,2}.

O grau de conversão de uma resina determina a quantidade de duplas ligações entre carbonos, presentes nos monômeros, que foram quebradas durante o processo de conversão em polímeros. O fato de a quantidade de energia total produzida por uma fonte de luz (produto da potência da fonte de luz e o tempo de exposição)³, estar diretamente relacionada com o grau de conversão^{4,5}, levou os fabricantes a desenvolverem fontes de luz com a potência aumentada, pretendendo diminuir o tempo de irradiação. Esta relação seria vantajosa, pois dispensaria menos tempo à colagem ortodôntica³. No entanto, a relação entre o tempo de irradiação e potência da fonte de luz nas propriedades físico-químicas das resinas compostas não está bem estabelecida e há controvérsias na literatura^{4,6-9}. Enquanto já foi demonstrado que um maior grau de conversão pode ser alcançado com menor tempo e maior potência⁹, outros estudos mostraram que a diminuição de tempo não alcança maior conversão em relação à fotopolimerização com maior tempo e menor potência^{4,7,8}. Essa discrepância se deve ao fato de que a maioria dos artigos disponíveis na literatura, fez essas comparações utilizando diferentes fontes de luz e diferentes energias, fatores que confundem os resultados.

Outro aspecto pouco avaliado nas resinas ortodônticas é a microdureza superficial. Uma vez que elas permanecem na cavidade bucal por um período prolongado, é necessário que elas apresentem uma boa adesividade. Como uma correlação positiva entre a dureza ¹⁰, a resistência mecânica ¹¹ e o teor de carga inorgânica já foi estabelecida, e resinas com maior nível de cargas inorgânicas parecem fornecer maior união ¹², a resistência e a adesividade das resinas parecem estar diretamente relacionado à dureza. Sendo assim, resinas com maior dureza superficial teriam melhores características mecânicas desejadas na ortodontia.

No entanto, cada resina responde de forma diferente em relação à fotopolimerização com a mesma energia produzida a partir de diferentes combinações de tempo de irradiação e potência da fonte de luz ⁶. Isso se deve às diferentes composições químicas dessas resinas, que influenciam a taxa inicial de polimerização ¹³, e por isso devem ser avaliadas individualmente quanto as suas respostas em relação à cinética de polimerização.

Deste modo, o objetivo deste trabalho foi verificar a influência da diminuição do tempo de exposição e aumento da potência, mantendo-se a mesma energia, no grau de conversão e dureza superficial em três resinas ortodônticas.

MATERIAL E MÉTODO

Cento e oitenta discos de resina, de 6 mm de diâmetro por 1 mm de espessura, foram confeccionados e divididos em três grupos de 60 discos de acordo com a resina utilizada para a sua confecção: Transbond XT (G1), Opal Bond MV (G2) e Transbond Plus Color Change (G3) (Tabela I).

Para a confecção de cada disco, as resinas foram inseridas em um único incremento em um molde metálico, posicionado sobre uma placa de vidro com espessura de 10mm. Cada uma de suas superfícies superior e inferior foi coberta por uma tira de poliéster, sendo que sobre a superior, uma lâmina de vidro de 1mm de espessura foi colocada. A fotoativação foi realizada com o aparelho de fotopolimerização apoiado sobre a placa, de modo que a direção de incidência do feixe de luz fosse perpendicular ao corpo de prova (Apêndice, pg. 78).

Tabela I. Grupos de acordo com as resinas ortodônticas utilizadas, suas marcas comerciais e numeração de lote

Grupos	Resina	Marca comercial	Número do lote
G1	Transbond XT	3M/ Unitek, Monrovia, EUA	N182301
G2	Opal Bond MV	3M/ Unitek, Monrovia, EUA	N130353
G3	Transbond Plus CG	Ultradent, South Jordan, EUA	C013

Cada grupo (n=60) foi dividido em três subgrupos de 20 discos de resina sendo que, 5 foram utilizados na mensuração do grau conversão e 15 para a mensuração da microdureza. Todos os discos foram fotopolimerizados com uma mesma energia (E), a qual foi obtida através da variação de tempo de exposição (T) e potência da fonte de luz (P), seguindo a fórmula:

$$E = P \times T$$

Um aparelho fotopolimerizador LED de 3ª geração, multionda com largo espectro de emissão (VALO - LED Curing Light, Ultradent, South Jordan, EUA), foi usado para polimerização dos corpos de prova. Este aparelho opera no intervalo de comprimento de onda de 380nm a 510nm, com dois picos de emissão, em 403,97nm e 459,11nm, e em três diferentes potências: Standard (P1), Alta (P2) e Imitação de Plasma (P3). As potências P1, P2 e P3 foram aferidas com o potenciômetro Fieldmaster – Laser Power Meter (Coherent Commercial Products Division, Estados Unidos) e os valores encontrados foram de 530W, 760W e 1520W respectivamente.

Cada subgrupo foi polimerizado com a mesma energia de 4,56 J variando-se o tempo (T1, T2 e T3) e potência (P1, P2 e P3) (Tabela II).

Tabela II. Resina, potência, tempo de exposição e energia total utilizados em cada subgrupo.

Subgrupos	Resina	Potência (mW)*	Tempo (s)	Energia total (J)
G1-1	Transbond XT	(P1) 530	(T1) 8,5	4,50
G1-2	Transbond XT	(P2) 760	(T2) 6	4,56
G1-3	Transbond XT	(P3) 1520	(T3) 3	4,56
G2-1	Opal Bond MV	(P1) 530	(T1) 8,5	4,50
G2-2	Opal Bond MV	(P2) 760	(T2) 6	4,56
G2-3	Opal Bond MV	(P3) 1520	(T3) 3	4,56
G3-1	Transbond Plus CG	(P1) 530	(T1) 8,5	4,50
G3-2	Transbond Plus CG	(P2) 760	(T2) 6	4,56
G3-3	Transbond Plus CG	(P3) 1520	(T3) 3	4,56

Após a fotopolimerização, os discos de resina foram armazenados individualmente em frascos escuros até o momento da confecção dos corpos de prova para a avaliação do grau de conversão e dureza.

Cinco pastilhas de resina fotopolimerizada de 8mm de diâmetro foram confeccionadas em um pastilhador metálico (Perkin Elmer, Beaconsfield Bucks, Inglaterra) a partir de cinco miligramas de pó provenientes da trituração dos cinco discos de resina misturados com 100

mg de brometo de potássio e prensados à 10 toneladas em uma prensa (SKAY, São José do Rio Preto, Brasil) por um tempo de 60 segundos. Para análise de conversão, estas pastilhas foram comparadas a outras 5 pastilhas feitas a partir da mistura de uma pequena porção de resina não fotopolimerizada a 100mg KBr e prensados da mesma forma (Apêndice, pg. 79).

Após a confecção das pastilhas fotopolimerizadas e não fotopolimerizadas de cada grupo, estas foram levadas a um espectrofotômetro (Spectrum 2000 – Perkin Elmer) para aquisição dos espectros. As medições foram realizadas no modo de absorbância, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , operando sob 32 scans, com resolução de 4 cm^{-1} e o software dedicado foi utilizado para a análise dos espectros (Spectrum v 5.3.1 for Windows® - Perkin Elmer).

O grau de conversão (GC) em percentual (%) foi calculado a partir da análise dos espectros obtidos através da diminuição da intensidade da banda referente às duplas ligações vinílicas do grupo metacrilato, com absorção de energia na região de 1637 cm^{-1} , em relação à intensidade da banda das duplas ligações aromáticas, com absorção de energia na região de 1610 cm^{-1} , a qual foi utilizada como padrão interno da amostra, uma vez que, esta não se altera após a reação de fotopolimerização, de acordo com a fórmula:

$$GC(\%) = \left(1 - \frac{\frac{a}{b}}{\frac{c}{d}} \right) \times 100$$

Sendo:

a = altura da banda C=C com pico em 1637cm⁻¹ da resina fotopolimerizada

b = altura da banda C-C com pico em 1610cm⁻¹ da resina fotopolimerizada

c = altura da banda C=C com pico em 1637cm⁻¹ da resina não fotopolimerizada

d = altura da banda C-C com pico em 1610cm⁻¹ da resina não fotopolimerizada

Para a análise de microdureza Knoop, um Durômetro Micromet S103 (Buehler, Japão) foi utilizado em 15 corpos de prova de cada subgrupo, com uma carga de 30 gramas força (gf) e tempo de ensaio mecânico de 15 segundos. Para cada corpo-de-prova, oito medidas foram realizadas na superfície oposta à aplicação da luz e as médias foram calculadas para cada corpo de prova.

Como os valores estavam normalmente distribuídos, duas análises de variância de dois níveis (p=.05) foram aplicadas com o programa SPSS (v.16,0; SPSS, Chicago, Illinois). Uma avaliando os efeitos dos tempos e das resinas no grau de conversão e outra avaliando os efeitos dos tempos e das resinas na microdureza superficial. O pós teste de tukey foi aplicado para comparação entre os grupos para cada fator

dentro de cada variável quando houve diferença significativa entre os grupos.

RESULTADOS

Houve diferença entre o grau de conversão das resinas testadas nos diferentes tempos, com a mesma energia ($p < 0,001$) (Tabela III). As resinas apresentaram iguais graus de conversão quando fotopolimerizadas no tempo T1 (80,7 %) e T2 (79,0%) e um menor grau de conversão em T3 (75,0%) (Tabela IV e Fig 1). Também houve diferença entre o grau de conversão das resinas testadas ($p < 0,001$) (Tabela III), o grupo 3 apresentou maior grau de conversão (87,2%), seguido pelo grupo 2 (83,5%), cujo grau de conversão foi maior que o grupo 1 (64,0%) (Tabela V). Não foi detectada interação entre as resinas e os tempos utilizados na variável grau de conversão. (Tabela III)

Houve diferença na microdureza superficial nos diferentes tempos, aplicada a mesma energia ($p < 0,001$) (Tabela VI). As resinas apresentaram menor dureza quando fotopolimerizadas pelo tempo T1 (35,2 KHN), mas não houve diferença entre os tempos T2 (41,6 KHN) e T3 (42,8 KHN) (Tabela VII e Fig. 2). Também houve diferença entre a dureza das resinas testadas ($p < 0,001$) (Tabela VI). O grupo 3 apresentou uma maior microdureza superficial (53,6 KHN) do que o grupo 2 (35,7 KHN), sendo ambos os grupos mais duros do que o grupo 1 (30,0 KHN) (Tabela VIII). Foi detectada interação entre as resinas e os tempos utilizados na variável microdureza ($p < 0,001$). (Tabela VI)

Tabela III. Análise de variância (two-way) para o grau de conversão

Fatores	Type III sum of square	df	Mean square	f	p
Resina	4665,8	2	2332,9	506,6	< 0,001*
Tempo	253,6	2	126,8	27,5	< 0,001*
Resina x Tempo	18,2	4	4,5	.992	0,424

*Diferença significativa

Tabela IV. Médias e desvios-padrão dos valores do grau de conversão das resinas variando-se a potência e tempo, mantendo-se a energia. (letras diferentes indicam diferenças entre os grupos).

Tempos	Grau de conversão (%)	Desvio Padrão
T1	80,7 ^A	11,2
T2	79,0 ^A	10,8
T3	75,0 ^B	10,08

Tabela V. Médias e desvios-padrão dos valores do grau de conversão das resinas ortodônticas (letras diferentes indicam diferenças entre os grupos).

Resinas	Grau de conversão (%)	Desvio Padrão
G1	64,0 ^C	0,66
G2	83,5 ^B	1,45
G3	87,2 ^A	0,51

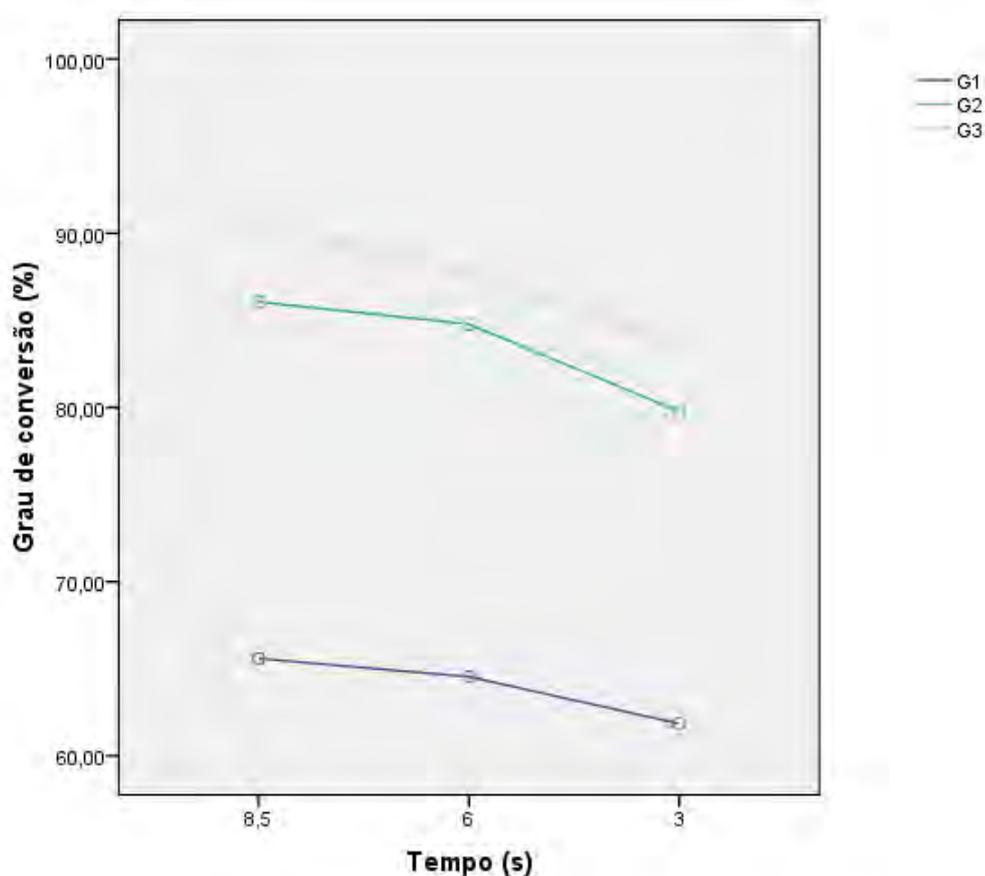


Fig 1. Grau de conversão das resinas ortodônticas nos diferentes tempos de exposição.

Tabela VI. Análise de variância (two-way) para microdureza superficial Knoop.

Fatores	P_value	F	DF	Type III Sum of Squares	Mean square
Resina	< 0,001*	321,1	2	13662,0	6831,0
Tempo	< 0,001*	35,1	2	1495,4	747,7
Resina x Tempo	0,005*	3,9	4	337,3	84,3

*Diferença significativa

Tabela VII. Médias e desvios-padrão dos valores da dureza superficial das resinas variando-se o tempo e a potência, mantendo-se a energia. (Letras diferentes indicam diferenças entre os grupos).

Potências	Dureza (KHN)	Desvio Padrão
T1	35,21 ^A	9,75
T2	41,60 ^B	10,64
T3	42,78 ^B	13,06

Tabela VIII. Médias e desvios-padrão dos valores da microdureza superficial Knoop das resinas ortodônticas (letras diferentes indicam diferenças entre os grupos).

Resinas	Dureza (KHN)	Desvio Padrão
G1	30,0 ^A	4,39
G2	35,7 ^B	5,92
G3	53,6 ^C	6,95

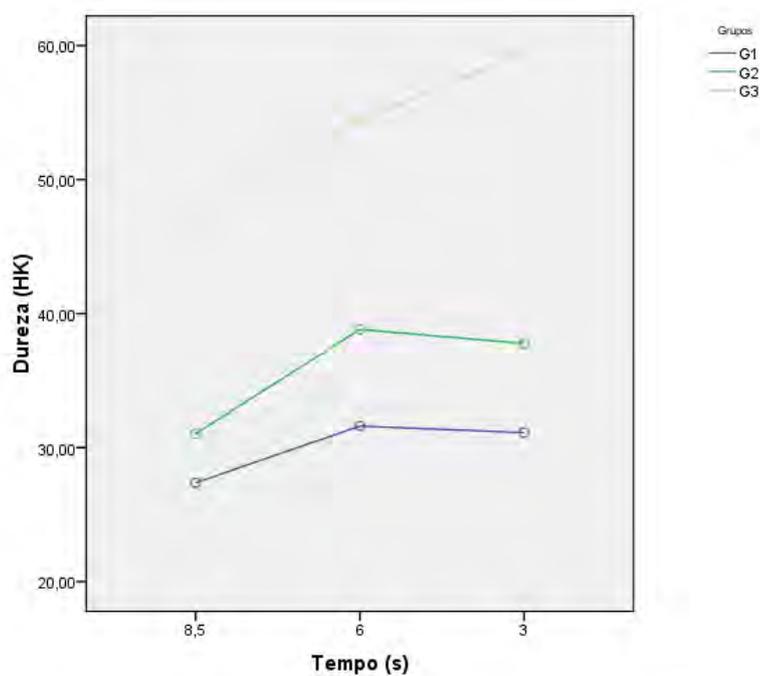


Fig 2. Dureza Knoop das resinas ortodônticas nos diferentes tempos de exposição.

DISCUSSÃO

Houve menor grau de conversão quando as resinas foram fotopolimerizadas com a associação de menor tempo e maior potência mantendo-se a mesma energia. Apesar de teoricamente haver uma relação entre energia, tempo de exposição e potência, essa relação pode ficar comprometida em tempos muito pequenos. Isso pode ocorrer devido à diminuição antecipada da mobilidade dos monômeros durante a reação de polimerização conforme a rede de polímeros é formada¹⁴, fazendo com que os monômeros não reagidos fiquem presos dentro da rede de polímeros⁸. Apesar da literatura^{4,8,15} já ter substanciado que um menor tempo pode influenciar negativamente o grau de conversão de resinas, a diminuição da conversão encontrada só foi significativa com a associação, tempo mais baixo (3s) com a potência mais alta (1520 mW), ainda assim apresentando uma diferença baixa em relação ao T1 e T2, e uma alta taxa de conversão (75%). O que se pode concluir é que a relação teórica mencionada acima pode ser verdadeira até um ponto, sendo o grau de conversão prejudicado a partir de uma velocidade de fotopolimerização específica. Portanto, embora novas tecnologias prometam uma eficiente fotopolimerização em curto tempo de trabalho, é necessário que estudos clínicos sejam realizados avaliando qual seria a taxa de conversão considerada aceitável para resinas ortodônticas para que a relação tempo versus potência seja devidamente calculada.

Houve diferença entre o grau de conversão das diferentes resinas testadas, o que era esperado, pois esta propriedade está relacionada com a composição química^{6,8,13,16-21}. A concentração, estrutura química^{16 18} e viscosidade dos monômeros^{13 19}, bem como a composição²⁰ e concentração dos fotoiniciadores²¹ presentes na matriz orgânica influenciam diretamente a cinética de fotopolimerização. Utilizando a mesma energia, a Transbond Plus Color Change apresentou conversão de 87,2%, a Opal Bond MV de 83,5% e a Transbond XT de 64%, que mesmo tendo a menor taxa de conversão ficou entre os 55% e 75% de conversão normalmente observada em condições de irradiação convencional (luz halógena a 40s e temperatura ambiente), em resinas restauradoras^{22 23}. O maior grau de conversão da resina Transbond Plus Color Change pode ter ocorrido devido a sua cor rosa pré-conversão, pois os agentes cromáticos da sua composição absorvem mais luz quando comparados à absorção de luz das outras duas resinas que são brancas. Na literatura existente, somente a Transbond XT foi avaliada^{8,9,17,24-26} com valores de conversão entre 39% a 83%, entretanto as metodologias e protocolos de polimerização foram diferentes deste estudo, não sendo possível a comparação direta dos resultados. Quatro destes estudos utilizaram luz halógena, a qual possui um espectro de emissão de luz diferente^{8,17,25,26}, e não indicaram o total de energia utilizada^{17,25,26}. Dois outros utilizaram LED, porém um⁹ utilizou diferente método de polimerização e análise da conversão e o outro²⁴ utilizou diferente

tempos, potências e energias em relação a este estudo. Do ponto de vista clínico, a informação de que a resina tem uma conversão mais alta está correlacionada a melhores propriedades físico-químicas ^{27,28} e uma baixa conversão está relacionado a reações biológicas adversas uma vez que as resinas podem liberar bisfenol-A ²⁹⁻³¹, um precursor do monômero BisGMA, que exibe citotoxicidade podendo trazer problemas a pacientes submetidos a longos tratamentos. Assim, o ortodontista pode escolher uma resina com maior grau de conversão, dado um mesmo tempo de fotopolimerização com a mesma energia.

As resinas apresentaram menor dureza quando fotopolimerizadas com menor potência e maior tempo de exposição. Provavelmente a menor intensidade de luz favoreceu a reação de ciclização primária, que ocorre durante o processo de fotopolimerização quando uma ligação dupla pendente reage com um radical intramolecularmente na sua cadeia de propagação. A ciclização não contribui para a estrutura da rede polimérica, pois há a formação de um microgel, tornando o polímero heterogêneo ¹⁴. Mesmo promovendo uma maior conversão local, pois a ciclização não diminui a mobilidade do sistema, ela pode causar uma redução na densidade de reticulação levando a uma diminuição na sua resistência mecânica ^{32,33}. O único estudo que compara a dureza de resinas ortodônticas apresenta resultados variados onde a dureza superficial pode aumentar ou se manter insensível à diminuição do tempo,

mantendo-se a energia da fonte de luz ³⁴. Isso se deve a composição e teor de cargas inorgânicas diferentes.

Houve diferença entre as durezas das resinas, uma vez que esta propriedade também está relacionada à composição química, principalmente ao tipo e concentração de monômeros presentes na matriz orgânica e ao conteúdo da carga inorgânica inserida ao compósito ^{11,35}. Dada a mesma energia, a Transbond Plus Color Change apresentou dureza de 53,6KHN, maior que a Opal Bond MV sendo de 35,7KHN, que por sua vez foi mais dura que a Transbond XT de 30KHN. Na literatura disponível, somente a Transbond XT foi avaliada, onde valores de dureza inferiores ²⁴ e superiores ³⁶ aos nossos foram encontrados, mas ambos trabalhos apresentaram uma metodologia diversa, a energia total não foi controlada e não houve comparação entre diferentes tipos de resinas, como feito por este estudo.

Houve uma interação significativa entre a associação do tempo e potência, e a dureza superficial das resinas, as quais apresentaram um comportamento diferente conforme o tempo foi diminuído. A Transbond Plus Color Change mostrou uma dureza superficial maior conforme o tempo foi diminuído e a potência aumentada, diferente das outras duas resinas que apesar de mostrarem um comportamento similar nos tempos T1 e T2, obtiveram a mesma dureza quando o tempo foi diminuído ainda mais em T3. Esta diferença entre o comportamento das resinas está

relacionado a composição, pois a característica molecular dos monômeros presentes na matriz orgânica determinará a mobilidade e parâmetros cinéticos ^{37,38}, que, por sua vez influenciam o desempenho mecânico do material ³⁹.

CONCLUSÃO

- O tempo pode ser diminuído e a potência aumentada, mantendo a mesma energia, sem efeito negativo entre os tempos 1 e 2, porém, causando uma pequena diminuição no grau de conversão das resinas no tempo 3.

- A resina Transbond Plus Color Change obteve a maior conversão entre as resinas, seguida pela Opal Bond MV e pela Transbond XT.

- O tempo pode ser diminuído aumentando-se a potência, tendo um efeito positivo na microdureza superficial das resinas testadas.

- A resina Transbond Plus Color Change obteve a maior microdureza entre as resinas, seguida pela Opal Bond MV e pela Transbond XT.

REFERÊNCIAS

1. Venhoven BA, de Gee AJ, Davidson CL. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials* 1996;17:2313-8.

2. Teshima W, Nomura Y, Tanaka N, Urabe H, Okazaki M, Nahara Y. ESR study of camphorquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. *Biomaterials* 2003;24:2097-103.
3. Staudt CB, Krejci I, Mavropoulos A. Bracket bond strength dependence on light power density. *J Dent* 2006;34:498-502.
4. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res* 2005;84:659-62.
5. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18:463-9.
6. Usümez S, Büyükyılmaz T, Karaman AI, Gündüz B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. *Eur J Orthod* 2005;27:173-9.
7. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2007;132:382-4.
8. Bang HC, Lim BS, Yoon TH, Lee YK, Kim CW. Effect of plasma arc curing on polymerization shrinkage of orthodontic adhesive resins. *Journal of Oral Rehabilitation* 2004;31:803-10.
9. Carvalho FeA, Almeida RC, Almeida MA, Cevitanes LH, Leite MC. Efficiency of light-emitting diode and halogen units in reducing residual monomers. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2010;138:617-22.
10. Pilo R, Cardash HS. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater* 1992;8:299-304.
11. Li Y, Swartz ML, Phillips RW, Moore BK, Roberts TA. Effect of filler content and size on properties of composites. *J Dent Res* 1985;64:1396-401.
12. Faltermeier A, Rosentritt M, Faltermeier R, Reicheneder C, Müssig D. Influence of filler level on the bond strength of orthodontic adhesives. *Angle Orthod* 2007;77:494-8.
13. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res* 1999;78:1469-76.
14. Elliott JE, Lovell LG, Bowman CN. Primary cyclization in the polymerization of bis-GMA and TEGDMA: a modeling approach to understanding the cure of dental resins. *Dent Mater* 2001;17:221-9.
15. Dewaele M, Asmussen E, Peutzfeldt A, Munksgaard EC, Benetti AR, Finné G, et al. Influence of curing protocol on selected properties of light-curing polymers: degree of conversion, volume contraction, elastic modulus, and glass transition temperature. *Dent Mater* 2009;25:1576-84.
16. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci* 2009;117:442-6.
17. Corekci B, Malkoc S, Ozturk B, Gunduz B, Toy E. Polymerization capacity of orthodontic composites analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy. *American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics* 2011;139:E299-E304.
18. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 2002;60:146-50.

19. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002;23:1819-29.
20. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G, et al. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent Mater* 2011;27:157-64.
21. Musanje L, Ferracane JL, Sakaguchi RL. Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. *Dent Mater* 2009;25:994-1000.
22. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002;29:1165-73.
23. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986;20:121-31.
24. Cerveira GP, Berthold TB, Souto AA, Spohr AM, Marchioro EM. Degree of conversion and hardness of an orthodontic resin cured with a light-emitting diode and a quartz-tungsten-halogen light. *Eur J Orthod* 2010;32:83-6.
25. Jagdish N, Padmanabhan S, Chitharanjan AB, Revathi J, Palani G, Sambasivam M, et al. Cytotoxicity and degree of conversion of orthodontic adhesives. *Angle Orthod* 2009;79:1133-8.
26. Eliades T, Eliades G, Brantley WA, Johnston WM. Polymerization efficiency of chemically cured and visible light-cured orthodontic adhesives: degree of cure. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1995;108:294-301.
27. Santini A, Miletic V, Swift MD, Bradley M. Degree of conversion and microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by polywave and monowave LED units. *J Dent* 2012;40:577-84.
28. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res* 1984;63:1248-54.
29. Ahrari F, Tavakkol Afshari J, Poosti M, Brook A. Cytotoxicity of orthodontic bonding adhesive resins on human oral fibroblasts. *Eur J Orthod* 2010;32:688-92.
30. Malkoc S, Corekci B, Ulker HE, Yalçın M, Sengün A. Cytotoxic effects of orthodontic composites. *Angle Orthod* 2010;80:571-6.
31. Geurtsen W, Lehmann F, Spahl W, Leyhausen G. Cytotoxicity of 35 dental resin composite monomers/additives in permanent 3T3 and three human primary fibroblast cultures. *J Biomed Mater Res* 1998;41:474-80.
32. Boots HRF, Pandey RB. Qualitative percolation study of free-radical cross-linking polymerization. *Polym Bull* 1984; 11: 415-20.
33. anseth KS, Boowman CN. Kinetic gelation model predictions of crosslinked polymer network microstructure. *Chem Eng Sci* 1994; 49: 2207-17.
34. Uysal T, Basciftci FA, Sener Y, Botsali MS, Demir A. Conventional and high intensity halogen light effects on water sorption and microhardness of orthodontic adhesives. *Angle Orthod* 2008;78:134-9.
35. Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. *Dent Mater* 2007;23:51-9.
36. Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2007;32:79-83.

37. Floyd CJ, Dickens SH. Network structure of Bis-GMA- and UDMA-based resin systems. *Dent Mater* 2006;22:1143-9.
38. Lemon MT, Jones MS, Stansbury JW. Hydrogen bonding interactions in methacrylate monomers and polymers. *J Biomed Mater Res A* 2007;83:734-46.
39. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of UEDMA BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. *Dent Mater* 1998;14:51-6.

4 ARTIGO 2

INFLUÊNCIA DA FOTOPOLIMERIZAÇÃO POR LED DE SEGUNDA E TERCEIRA GERAÇÃO NO GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS ORTODÔNTICAS

Artigo a ser submetido ao periódico American Journal Orthodontics and Dentofacial Orthopedics.

RESUMO

O objetivo deste estudo foi verificar a influência da fotopolimerização por LED de segunda geração (Ortholux, 3M Unitek, Monrovia, CA, EUA) e de terceira geração (Valo Cordless, Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, EUA) no grau de conversão (GC) de duas resinas ortodônticas Transbond XT (3M Unitek, Monrovia, CA, EUA), e Opal Bond MV (Ultradent, South Jordan, UT, EUA), dada uma mesma densidade de energia, bem como comparar o grau de conversão entre elas. A análise do GC foi realizada pelo método de Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FT-IR) em quatro grupos (n=5) divididos de acordo com as resinas e LED utilizados. Os valores obtidos foram analisados pelo teste ANOVA de dois níveis. As resinas apresentaram iguais graus de conversão quando fotopolimerizadas pelo LED de 2ª geração (74,3%) e pelo LED de 3ª geração (73,2%). A resina ortodôntica Opal Bond MV obteve maior grau de conversão (81,9%) do que a resina Transbond XT (65,7%). Não houve influência do LED de 2ª e 3ª geração na fotopolimerização das resinas ortodônticas.

Palavras-chave: Resina composta, Fotopolimerização, Grau de conversão, FT-IR, LED de segunda geração, LED de terceira geração, Fotoiniciadores, Ortodontia.

INTRODUÇÃO

O LED (Light-emitting-diode) é, nos dias de hoje, a fonte de luz mais utilizada na polimerização de materiais fotossensíveis, pois além de ser eficiente, apresenta um excelente custo-benefício ¹. A primeira geração de LED emitia luz na faixa de espectro visível (420nm a 490nm) coincidente com espectro de absorção máxima da canforoquinona (468nm) ², que é o fotoiniciador tradicionalmente utilizado nas resinas compostas. Entretanto, devido à potência mais baixa, o potencial de fotopolimerização desta luz era muito menor do que a luz halógena, a mais utilizada nessa época ².

Após alguns anos, surgiu a segunda geração de LED, caracterizada por apresentar grande aumento na potência, comparada à primeira geração. Entretanto, o curto espectro de emissão continuou existindo, sendo possível apenas a fotopolimerização de resinas compostas com canforoquinona. Isso era uma desvantagem, já que fotoiniciadores alternativos, como o trimethylbenzoyl-diphenylphosphine oxide (TPO) e fenil propanodiona (PPD), com espectro de absorção de luz diferente, começaram a ser desenvolvidos em busca de melhores propriedades estéticas³, e de maior eficiência na reação de fotopolimerização⁴. Portanto, a fim de permitir a fotopolimerização dos materiais restauradores com todos fotoiniciadores, produziu-se um LED

de alta potência com emissão de luz em dois picos de comprimento de onda por volta de 400nm e 465nm dando origem a uma terceira geração desses aparelhos ⁵.

Portanto, a seleção da fonte de luz é importante para que as resinas alcancem o máximo de grau de conversão, ou polimerização, que elas possam oferecer. A polimerização converte os monômeros presentes na matriz orgânica da resina em polímeros ⁶, e esse processo pode ser avaliado pelo grau de conversão ⁷, o qual determina a quantidade de duplas ligações entre os carbonos presentes nos monômeros que foram quebradas durante o processo de fotopolimerização ⁸. Quanto maior o grau de conversão de uma resina, melhores são suas propriedades físico-químicas ⁹⁻¹⁵. Alguns exemplos são maior dureza ^{9,10} menor solubilidade e degradação ao longo do tempo ¹¹, e menor taxa de monômero residual, o qual tem sido relacionado a efeitos biológicos adversos ¹²⁻¹⁵. Como foi estabelecido que a utilização do LED de 3ª geração melhora o grau de conversão em resinas com TPO e que a presença de TPO pode não ser indicada pelo fabricante ¹⁰, seria uma boa idéia utilizar esses aparelhos sempre que possível. Entretanto, há controvérsias na literatura se o emprego deste LED comprometeria a fotopolimerização de resinas onde a canforoquinona é usada exclusivamente ^{10,16}. Apesar de já existirem estudos onde o LED de 2ª e 3ª geração comparados em resinas restauradoras, não foi equalizado a densidade de energia utilizada por esses aparelhos, isolando o efeito dos picos de emissão de luz, e mais

importante, não existindo relatos dessa comparação em resinas ortodônticas^{10,16-18}.

Atualmente, há no mercado uma variedade de resinas ortodônticas fotoativadas e que possuem composições químicas diferentes, onde nem sempre o fabricante revela qual o fotoiniciador utilizado. Devido a esse motivo, a cinética de fotopolimerização ocorrida em uma resina não necessariamente se aplica a outra. Logo, o objetivo desse estudo foi verificar a influência da fotopolimerização com LED de 2ª e 3ª geração, com a mesma densidade de energia, no grau de conversão de duas resinas ortodônticas.

MATERIAL E MÉTODO

Vinte discos de resina, de 6 mm de diâmetro por 1 mm de espessura, foram confeccionados e divididos em dois grupos de acordo com a resina utilizada Transbond XT (G1) e Opal Bond MV (G2) (Tabela I).

Para a confecção de cada disco de resina, um molde metálico foi posicionado sobre uma placa de vidro de 10mm de espessura. A resina foi inserida em um único incremento e suas superfícies, base e topo, foram cobertas por uma tira de poliéster. Sobre a tira de poliéster da superfície topo foi posicionada uma lâmina de vidro de 1mm de espessura

sobre a qual realizou-se a fotoativação de modo que a direção de incidência do feixe de luz fosse perpendicular ao corpo de prova.

Cada grupo foi dividido em dois subgrupos com cinco discos de resina, onde cada subgrupo foi fotopolimerizado com um aparelho de LED diferente. Em um subgrupo OL foi utilizado um LED de 2ª geração, o Ortholux (3M Unitek, Monrovia, CA, EUA), e no outro VL foi utilizado um LED de 3ª geração, o Valo Cordless (Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, EUA) (Tabela II e Fig. 1).

Os tempos (T) e densidades de potências (P) utilizadas foram padronizados de forma que ambos os aparelhos oferecessem a mesma densidade de energia (D) aos discos de resina, somente variando-se o comprimento de onda utilizado. No subgrupo OL, o tempo de ativação foi de 20 segundos e a ponta guia da fonte de luz permaneceu encostada a lâmina de vidro de 1mm, produzindo uma densidade de potência de $860\text{mW}/\text{cm}^2$. No subgrupo VL o mesmo tempo foi utilizado, com a potência ALTA do aparelho, originalmente de 1000mW, sendo reduzida a 608mW através de um afastamento calculado, onde a ponta do aparelho foi mantida a 17mm da placa de vidro de 1mm através de um suporte feito especialmente para esse uso. (Apêndice, pg. 84)

Após a fotopolimerização, os discos de resina foram armazenados individualmente em frascos escuros até o momento da confecção dos

corpos de prova para análise do grau de conversão pela técnica de FT-IR (Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier).

Cinco pastilhas de resina fotopolimerizada de 8mm de diâmetro foram confeccionadas em um pastilhador metálico (Perkin Elmer, Beaconsfield Bucks, Inglaterra) a partir de cinco miligramas de pó provenientes da trituração dos cinco discos de resina misturados com 100 mg de brometo de potássio (KBr) e prensados à 10 toneladas em uma prensa (SKAY, São José do Rio Preto, Brasil) por um tempo de 60 segundos. Para análise de conversão, estas pastilhas foram comparadas a outras 5 pastilhas feitas a partir da mistura de uma pequena porção de resina não fotopolimerizada a 100mg KBr e prensados da mesma forma (Apêndice, pg 80).

Os corpos de prova fotopolimerizados e não fotopolimerizados de cada subgrupo foram levados a um espectrofotômetro (Spectrum 2000 – Perkin Elmer) para aquisição dos espectros. Todas as medições foram realizadas no modo de absorbância, no intervalo de 4000 a 400 cm^{-1} , operando sob 32 scans, com resolução de 4 cm^{-1} . O software utilizado para a análise dos espectros foi o do próprio equipamento (Spectrum v 5.3.1 for Windows® - Perkin Elmer).

O grau de conversão (GC) em percentual (%) foi calculado a partir da análise dos espectros obtidos através da diminuição da intensidade da banda referente às duplas ligações vinílicas do grupo metacrilato, com absorção de energia na região de 1637 cm^{-1} , em relação à intensidade da

banda das duplas ligações aromáticas, com absorção de energia na região de 1610 cm^{-1} , a qual foi utilizada como padrão interno da amostra uma vez que, esta não se altera após a reação de polimerização, de acordo com a fórmula:

$$GC(\%) = \left(1 - \frac{\frac{a}{b}}{\frac{c}{d}} \right) \times 100$$

Sendo:

a = altura da banda C=C com pico em 1637cm^{-1} da resina fotopolimerizada

b = altura da banda C-C com pico em 1610cm^{-1} da resina fotopolimerizada

c = altura da banda C=C com pico em 1637cm^{-1} da resina não fotopolimerizada

d = altura da banda C-C com pico em 1610cm^{-1} da resina não fotopolimerizada

O programa SPSS (v.16,0; SPSS, Chicago, Illinois) foi utilizado para a análise estatística. Como os valores estavam normalmente distribuídos, uma análise de variância de dois níveis ($p=.05$) foi aplicada para a avaliação da influência do tipo de resina e da diferença do tipo de LED no grau de conversão (em porcentagem), bem como a interação desses dois fatores. O pós teste de Tukey foi utilizado para comparação do grau de conversão entre as resinas utilizadas.

Tabela I. Grupos e resinas ortodônticas utilizadas

Grupos	N	Resina Ortodôn tica	Marca comercial	Número do lote
G1	10	Transbond XT	3M/ Unitek, Monrovia, EUA	N182301
G2	10	Opal Bond MV	Ultradent, South Jordan, EUA	C013

Tabela II. Aparelhos fotoativadores utilizados

LED	Pico de emissão da luz (nm)	Fabricante
Ortholux	463,87	3M Unitek, Monrovia, CA, EUA
Valo Cordless	459,11 403,97	Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, EUA.

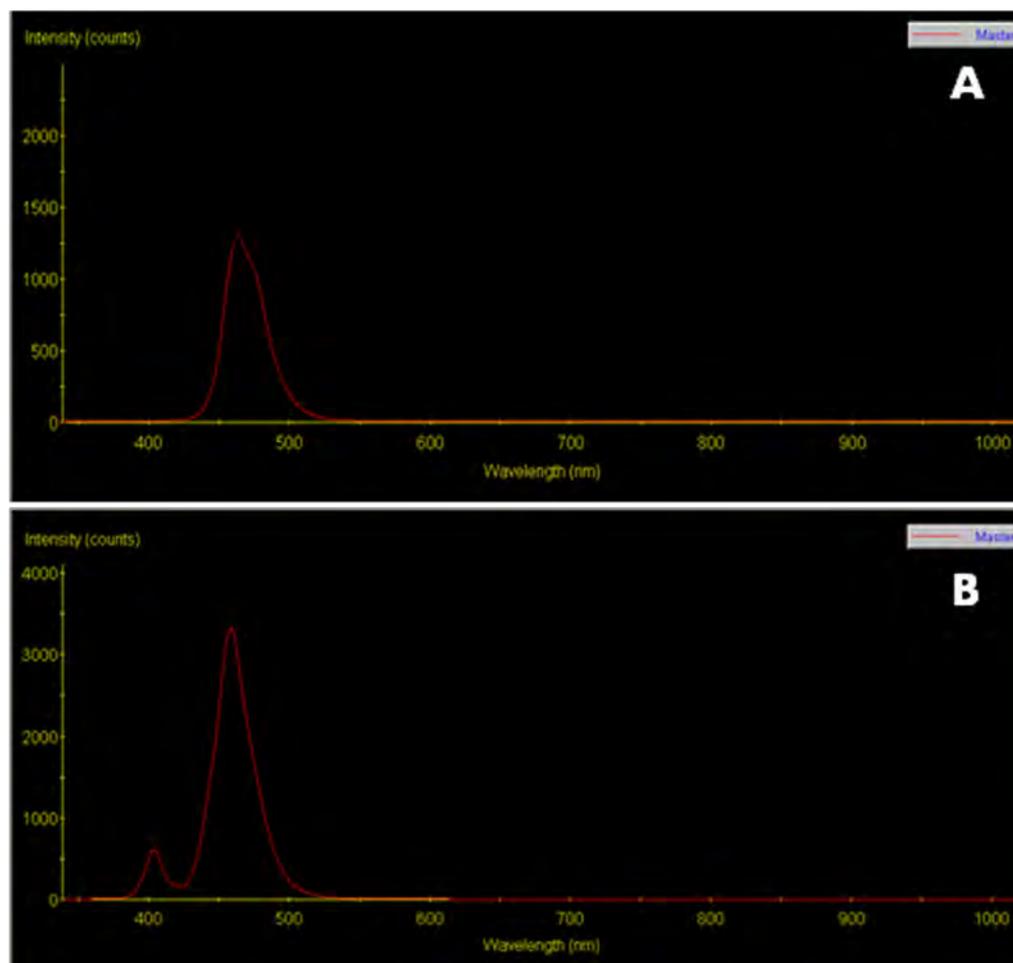


Fig 1. A, Espectro de emissão de luz do LED de 2^a geração; B, Espectro de emissão de luz do LED de 3^a geração

RESULTADO

Não houve diferença ($p=.60$) entre os graus de conversão quando o LED de 2^a geração (73,2%) e 3^a geração (74,3%) foram utilizados (Tabela III e IV).

Houve diferença ($p < .001$) entre o grau de conversão das resinas testadas (Tabela III). O grupo 1 apresentou menor grau de conversão (65,7%), em relação ao grupo 2 (81,9%) (Tabela V).

Não foi detectada interação ($p = .56$) entre as resinas e os LED de 2ª e 3ª geração no grau de conversão (Tabela III).

Tabela III. Análise de variância (two-way) para o grau de conversão.

Fatores	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	p
LED	6,25	1	6,252	.293	.60
Resina	1306	1	1306	61,28	<.001*
ResinaXLED	7,7	1	7,705	.362	.56

*Diferença significativa

Tabela IV. Médias e desvios-padrão dos valores do grau de conversão das resinas variando-se o LED de 2ª e 3ª geração.

LED	GC(%)	Desvio Padrão
2ª geração	73,2	8,01
3ª geração	74,3	2,23

Tabela V. Médias e desvios-padrão dos valores do grau de conversão (GC) das resinas ortodônticas.

Resinas	GC (%)	Desvio Padrão
G1	65,7	3,82
G2	81,9	1,22

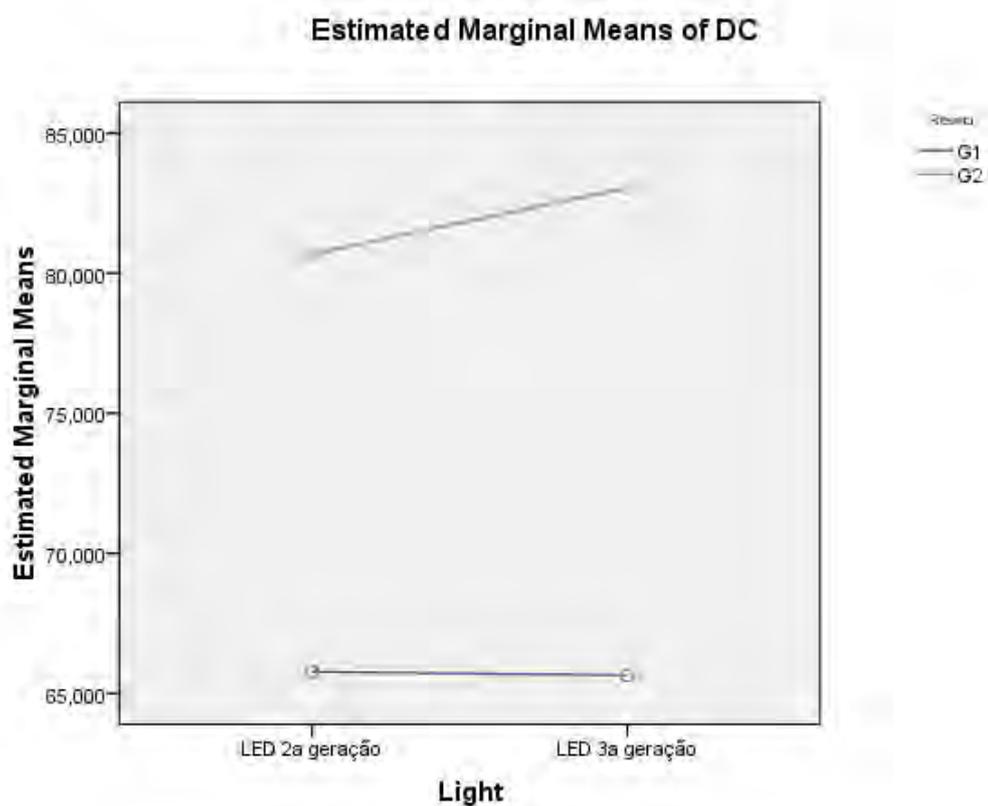


Fig 2. Gráfico dos valores do grau de conversão das resinas ortodônticas polimerizadas pelo LED de 2^a e 3^a geração.

DISCUSSÃO

A adição de um pico de emissão de luz ao redor de 400nm, mantendo-se a mesma energia, não aumentou a conversão das resinas deste estudo, comparada a um único pico entre 430 e 520nm para as condições de fotopolimerização utilizadas. Essa adição deveria aumentar o grau de conversão das resinas em relação a fotopolimerização com o LED de 2ª geração, se as resinas contivessem um fotoiniciador alternativo, como o (TPO)^{3,4} ou o (PPD)⁴. Entretanto devido ao baixo poder (8%) das comparações efetuadas, não se pode afirmar com relativa certeza a ausência destes nas resinas testadas. Na literatura há quatro estudos que comparam o grau de conversão de diferentes resinas fotopolimerizadas com LED de 2ª e 3ª geração^{10,16-18}. Apesar de resultados controversos, nenhum destes equalizou a densidade de energia isolando o efeito do pico de emissão de luz adicional.

A padronização da densidade de energia feita no nosso estudo é importante para a comparação do LED de 2ª e 3ª geração, pois ela é diretamente proporcional ao grau de conversão final^{19,20}. Se ambos os aparelhos utilizados neste estudo tivessem densidades de energias diferentes, este fator poderia influenciar a comparação do grau de conversão entre as resinas testadas. Similarmente, diferentes densidades de energias poderiam ter influenciado os resultados no que tange a comparação entre o LED de 2ª e 3ª geração.

Houve diferença entre o grau de conversão das diferentes resinas testadas, o que era esperado, pois esta propriedade está relacionada à composição química da resina ^{7,21-28}. Os espectros infravermelhos das resinas testadas (Fig. 2) demonstram claramente que as composições das duas resinas são diferentes, pois na região de impressão digital, cada um dos espectros possui perfis de absorção bastante distintos. A concentração, estrutura química ^{21 24} e viscosidade dos monômeros ^{25 26}, assim como o tipo ²⁷ e concentração dos fotoiniciadores ²⁸ presentes na matriz orgânica, influenciam diretamente a cinética de polimerização.

Dada a mesma energia, a Opal Bond MV apresentou conversão de 81,9% e a Transbond XT de 65,7%, tendo a última ficado entre os 55% e 75% de conversão normalmente observados em condições de irradiação convencional (luz halógena a 40s) em resinas restauradoras ^{29 30}. Na literatura que aborda a conversão de resinas ortodônticas, somente a Transbond XT foi avaliada ^{7,23,31-34} com valores de conversão entre 39% a 83%, entretanto as metodologias e protocolos de fotopolimerização foram diferentes do nosso estudo, não sendo possível a comparação direta dos resultados. Quatro destes estudos utilizaram luz halógena, a qual possui um espectro de emissão de luz diferente ^{7,23,32,33}, e não indicaram o total de energia utilizada ^{7,32,33}. Dois outros utilizaram LED de 2ª geração, porém um ³⁴ utilizou diferente método de fotopolimerização e análise da conversão e o outro ³¹ utilizou diferentes tempos, potências e energias em relação ao nosso estudo.

Do ponto de vista clínico, as informações encontradas são importantes, pois primeiro, pode-se concluir que a escolha da resina é mais importante do que a adição de um pico de emissão de luz, nas condições dos testes realizados; e segundo, ao escolher-se a Opal Bond como resina de colagem, o ortodontista pode obter melhores propriedades físico-químicas do que a Transbond XT, dado um mesmo tempo de polimerização com a mesma energia.

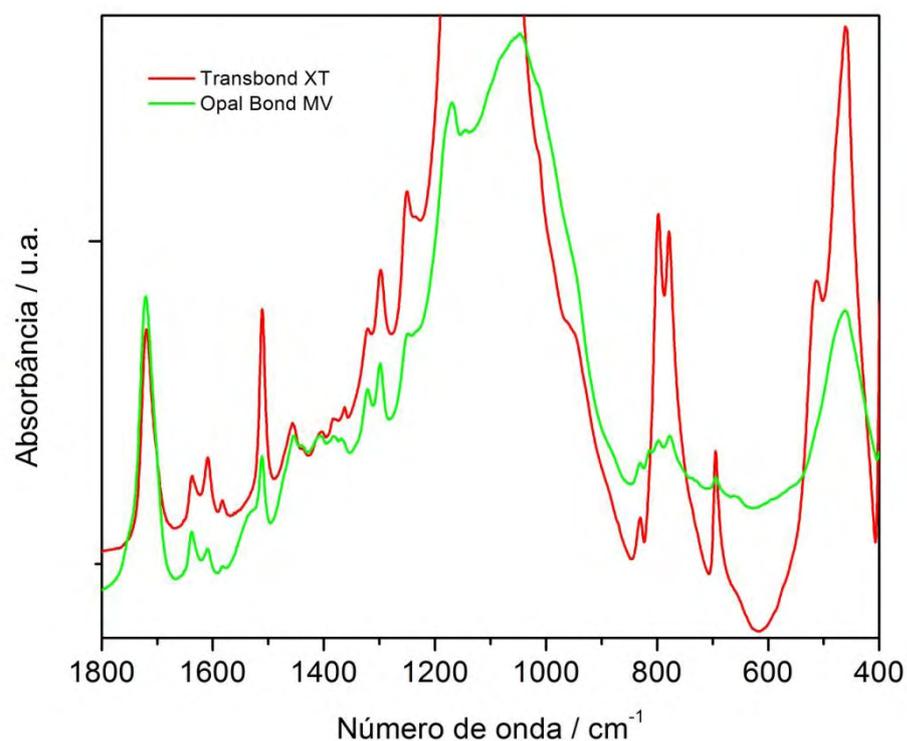


Fig 2. Espectro de infravermelho das diferentes resinas. A diferença nas composições químicas entre as diferentes marcas e fabricantes pode ser observada através da região de impressão digital (1500 cm⁻¹ a 400 cm⁻¹) dos espectros de infravermelho dos adesivos não polimerizados.

CONCLUSÃO

Em relação ao grau de conversão das duas resinas, Opal Bond MV e Transbond XT, fotoativadas pelo LED 2ª e 3ª geração utilizando a mesma energia, concluímos:

- Não houve influência do tipo de LED utilizado no grau de conversão das resinas ortodônticas.

- Houve diferença no grau de conversão das resinas, sendo que a Opal Bond MV apresentou maior grau de conversão que a Transbond XT.

REFERÊNCIAS

1. Rueggeberg FA. State-of-the-art: dental photocuring--a review. Dent Mater 2011;27:39-52.
2. 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.
3. Arikawa H, Takahashi H, Kanie T, Ban S. Effect of various visible light photoinitiators on the polymerization and color of light-activated resins. Dent Mater J 2009;28:454-60.
4. Park YJ, Chae KH, Rawls HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. Dent Mater 1999;15:120-7.
5. Rueggeberg FA. State-of-the-art: dental photocuring--a review. Dent Mater 2011;27:39-52.
6. Peutzfeldt A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. Eur J Oral Sci 1997;105:97-116.
7. Corekci B, Malkoc S, Ozturk B, Gunduz B, Toy E. Polymerization capacity of orthodontic composites analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy. American Journal of Orthodontics and Dentofacial Orthopedics 2011;139:E299-E304.

8. Decker C. Kinetic analysis and performance of UV-curable coatings. In: Pappas SP, editor. *Radiation curing, science and technology*. New York: Plenum Press; 1992. p. 135-79.
9. Bouschlicher MR, Rueggeberg FA, Wilson BM. Correlation of bottom-to-top surface microhardness and conversion ratios for a variety of resin composite compositions. *Oper Dent* 2004;29:698-704.
10. Santini A, Miletic V, Swift MD, Bradley M. Degree of conversion and microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by polywave and monowave LED units. *J Dent* 2012;40:577-84.
11. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res* 1984;63:1248-54.
12. Ahrari F, Tavakkol Afshari J, Poosti M, Brook A. Cytotoxicity of orthodontic bonding adhesive resins on human oral fibroblasts. *Eur J Orthod* 2010;32:688-92.
13. Rathbun MA, Craig RG, Hanks CT, Filisko FE. Cytotoxicity of a BIS-GMA dental composite before and after leaching in organic solvents. *J Biomed Mater Res* 1991;25:443-57.
14. Malkoc S, Corekci B, Ulker HE, Yalçın M, Sengün A. Cytotoxic effects of orthodontic composites. *Angle Orthod* 2010;80:571-6.
15. Geurtsen W, Lehmann F, Spahl W, Leyhausen G. Cytotoxicity of 35 dental resin composite monomers/additives in permanent 3T3 and three human primary fibroblast cultures. *J Biomed Mater Res* 1998;41:474-80.
16. Miletic V, Santini A. Micro-Raman spectroscopic analysis of the degree of conversion of composite resins containing different initiators cured by polywave or monowave LED units. *J Dent* 2012;40:106-13.
17. Ribeiro BC, Boaventura JM, Brito-Gonçalves J, Rastelli AN, Bagnato VS, Saad JR. Degree of conversion of nanofilled and microhybrid composite resins photo-activated by different generations of LEDs. *J Appl Oral Sci* 2012;20:212-7.
18. Aguiar FH, Georgetto MH, Soares GP, Catelan A, Dos Santos PH, Ambrosano GM, et al. Effect of different light-curing modes on degree of conversion, staining susceptibility and stain's retention using different beverages in a nanofilled composite resin. *J Esthet Restor Dent* 2011;23:106-14.
19. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res* 2005;84:659-62.
20. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater* 2002;18:463-9.
21. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci* 2009;117:442-6.
22. Usümez S, Büyükyılmaz T, Karaman AI, Gündüz B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. *Eur J Orthod* 2005;27:173-9.
23. Bang HC, Lim BS, Yoon TH, Lee YK, Kim CW. Effect of plasma arc curing on polymerization shrinkage of orthodontic adhesive resins. *Journal of Oral Rehabilitation* 2004;31:803-10.
24. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand* 2002;60:146-50.

-
25. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res* 1999;78:1469-76.
 26. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials* 2002;23:1819-29.
 27. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G, et al. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent Mater* 2011;27:157-64.
 28. Musanje L, Ferracane JL, Sakaguchi RL. Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. *Dent Mater* 2009;25:994-1000.
 29. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil* 2002;29:1165-73.
 30. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res* 1986;20:121-31.
 31. Cerveira GP, Berthold TB, Souto AA, Spohr AM, Marchioro EM. Degree of conversion and hardness of an orthodontic resin cured with a light-emitting diode and a quartz-tungsten-halogen light. *Eur J Orthod* 2010;32:83-6.
 32. Jagdish N, Padmanabhan S, Chitharanjan AB, Revathi J, Palani G, Sambasivam M, et al. Cytotoxicity and degree of conversion of orthodontic adhesives. *Angle Orthod* 2009;79:1133-8.
 33. Eliades T, Eliades G, Brantley WA, Johnston WM. Polymerization efficiency of chemically cured and visible light-cured orthodontic adhesives: degree of cure. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 1995;108:294-301.
 34. Carvalho FeA, Almeida RC, Almeida MA, Cevidanes LH, Leite MC. Efficiency of light-emitting diode and halogen units in reducing residual monomers. *Am J Orthod Dentofacial Orthop* 2010;138:617-22.

5 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Os avanços tecnológicos trouxeram novas possibilidades para a realização da fotopolimerização de resinas ortodônticas.

Neste estudo, ao avaliar a influência da variação da densidade de potência e tempo de exposição, e influência do LED de 2ª e 3ª geração, mantendo-se a densidade de energia, no grau de conversão e dureza, pode-se observar que:

- A mesma densidade de energia, com diferentes combinações de potência e tempo de exposição influencia o grau de conversão de resinas ortodônticas testadas.
- O tempo pode ser diminuído e a potência aumentada, sem efeito negativo nos protocolos $P=530\text{mw}/ T=8,5\text{s}$, e $P=760\text{mW}/ T=6\text{s}$, porém, causando uma pequena diminuição no grau de conversão das resinas no protocolo $P=1520\text{mW}/ T=3\text{s}$.
- As resinas ortodônticas apresentam diferentes graus de conversão quando submetidas à mesma densidade de energia.
- A resina Transbond Plus Color Change obteve a maior conversão entre as resinas, seguida pela Opal Bond MV e pela Transbond XT.
- Nas condições deste estudo, não houve influência do LED de 2ª e 3ª geração no grau de conversão das resinas ortodônticas utilizadas.

- A mesma densidade de energia, com diferentes combinações de potência e tempo de exposição influencia a dureza de resinas ortodônticas.
- O tempo pode ser diminuído aumentando-se a potência, tendo um efeito positivo na microdureza superficial das resinas ortodônticas testadas.
- A resina Transbond Plus Color Change apresentou a maior dureza entre as resinas, seguida pela Opal Bond MV e pela Transbond XT.

6 REFERÊNCIAS *

1. Ahrari F, Tavakkol Afshari J, Poosti M, Brook A. Cytotoxicity of orthodontic bonding adhesive resins on human oral fibroblasts. *Eur J Orthod.* 2010; 32: 688-92.
2. Arikawa H, Takahashi H, Kanie T, Ban S. Effect of various visible light photoinitiators on the polymerization and color of light-activated resins. *Dent Mater J.* 2009; 28: 454-60.
3. Asmussen E, Peutzfeldt A. Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resin composites. *Acta Odontol Scand.* 2002; 60: 146-50.
4. Bang HC, Lim BS, Yoon TH, Lee YK, Kim CW. Effect of plasma arc curing on polymerization shrinkage of orthodontic adhesive resins. *Journal of Oral Rehabilitation.* 2004; 31: 803-10.
5. Carvalho FeA, Almeida RC, Almeida MA, Cevidanes LH, Leite MC. Efficiency of light-emitting diode and halogen units in reducing residual monomers. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2010; 138: 617-22.
6. Corekci B, Malkoc S, Ozturk B, Gunduz B, Toy E. Polymerization capacity of orthodontic composites analyzed by Fourier transform infrared spectroscopy. *Am J Orthod and Dentofacial Orthop.* 2011; 139: E299-E304.
7. 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.

*De acordo com o estilo Vancouver. Disponível no site:
http://www.nlm.nih.gov/bsd/uniform_requirements.html

-
8. Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res.* 1986; 20: 121-31.
 9. Geurtsen W, Lehmann F, Spahl W, Leyhausen G. Cytotoxicity of 35 dental resin composite monomers/additives in permanent 3T3 and three human primary fibroblast cultures. *J Biomed Mater Res.* 1998; 41: 474-80.
 10. Gioka C, Bourauef C, Hiskia A, Kletsas D, Eliades T, Eliades G. Light-cured or chemically cured orthodontic adhesive resins? A selection based on the degree of cure, monomer leaching, and cytotoxicity. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2005; 127: 413-9; quiz 516.
 11. Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci.* 2009; 117: 442-6.
 12. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater.* 2002; 18: 463-9.
 13. Hansel C, Leyhausen G, Mai UE, Geurtsen W. Effects of various resin composite (co)monomers and extracts on two caries-associated microorganisms in vitro. *J Dent Res.* 1998; 77: 60-7.
 14. Imazato S, Tarumi H, Kobayashi K, Hiraguri H, Oda K, Tsuchitani Y. Relationship between the degree of conversion and internal discoloration of light-activated composite. *Dent Mater J.* 1995; 14: 23-30.
 15. Leprince JG, Hadis M, Shortall AC, Ferracane JL, Devaux J, Leloup G, et al. Photoinitiator type and applicability of exposure reciprocity law in filled and unfilled photoactive resins. *Dent Mater.* 2011; 27: 157-64.

-
16. Lovell LG, Newman SM, Bowman CN. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resins. *J Dent Res.* 1999; 78: 1469-76.
 17. Malkoc S, Corekci B, Ulker HE, Yalçın M, Sengün A. Cytotoxic effects of orthodontic composites. *Angle Orthod.* 2010; 80: 571-6.
 18. Mavropoulos A, Cattani-Lorente M, Krejci I, Staudt CB. Kinetics of light-cure bracket bonding: power density vs exposure duration. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2008; 134: 543-7.
 19. Miletic V, Santini A. Micro-Raman spectroscopic analysis of the degree of conversion of composite resins containing different initiators cured by polywave or monowave LED units. *J Dent.* 2012; 40: 106-13.
 20. Musanje L, Ferracane JL, Sakaguchi RL. Determination of the optimal photoinitiator concentration in dental composites based on essential material properties. *Dent Mater.* 2009; 25: 994-1000.
 21. Niepraschk M, Rahiotis C, Bradley TG, Eliades T, Eliades G. Effect of various curing lights on the degree of cure of orthodontic adhesives. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2007; 132: 382-4.
 22. Park YJ, Chae KH, Rawls HR. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. *Dent Mater.* 1999; 15: 120-7.
 23. Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res.* 2005; 84: 659-62.
 24. 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.

-
25. Ribeiro BC, Boaventura JM, Brito-Gonçalves J, Rastelli AN, Bagnato VS, Saad JR. Degree of conversion of nanofilled and microhybrid composite resins photo-activated by different generations of LEDs. *J Appl Oral Sci.* 2012; 20: 212-7.
 26. Rueggeberg FA. State-of-the-art: dental photocuring--a review. *Dent Mater.* 2011; 27: 39-52.
 27. Rueggeberg FA. State-of-the-art: dental photocuring--a review. *Dent Mater.* 2011; 27: 39-52.
 28. Santini A, Miletic V, Swift MD, Bradley M. Degree of conversion and microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by polywave and monowave LED units. *J Dent.* 2012; 40: 577-84.
 29. Sasaki N, Okuda K, Kato T, Kakishima H, Okuma H, Abe K, et al. Salivary bisphenol-A levels detected by ELISA after restoration with composite resin. *J Mater Sci Mater Med.* 2005; 16: 297-300.
 30. Sideridou I, Tserki V, Papanastasiou G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. *Biomaterials.* 2002; 23: 1819-29.
 31. Söderholm KJ, Zigan M, Ragan M, Fischlschweiger W, Bergman M. Hydrolytic degradation of dental composites. *J Dent Res.* 1984; 63: 1248-54.
 32. Staudt CB, Krejci I, Mavropoulos A. Bracket bond strength dependence on light power density. *J Dent.* 2006; 34: 498-502.
 33. Sunitha C, Kailasam V, Padmanabhan S, Chitharanjan AB. Bisphenol A release from an orthodontic adhesive and its correlation with the degree of

- conversion on varying light-curing tip distances. *Am J Orthod Dentofacial Orthop.* 2011; 140: 239-44.
34. Sunna S, Rock WP. Clinical performance of orthodontic brackets and adhesive systems: a randomized clinical trial. *Br J Orthod.* 1998; 25: 283-7.
35. Teshima W, Nomura Y, Tanaka N, Urabe H, Okazaki M, Nahara Y. ESR study of camphorquinone/amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. *Biomaterials.* 2003; 24: 2097-103.
36. Usümez S, Büyükyılmaz T, Karaman AI, Gündüz B. Degree of conversion of two lingual retainer adhesives cured with different light sources. *Eur J Orthod.* 2005; 27: 173-9.
37. Venhoven BA, de Gee AJ, Davidson CL. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials.* 1996; 17: 2313-8.
38. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J Oral Rehabil.* 2002; 29: 1165-73.

7 APÊNDICE

MÉTODO

Confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de grau de conversão e dureza – Artigo 1

Para a confecção de cada disco, de 6 mm de diâmetro por 1 mm de espessura, as resinas foram inseridas em um único incremento em um molde metálico, posicionado sobre uma placa de vidro com espessura de 10mm. Cada uma de suas superfícies superior e inferior foi coberta por uma tira de poliéster, sendo que sobre a superior, uma lâmina de vidro de 1mm de espessura foi colocada. A fotoativação foi realizada com o aparelho de fotopolimerização apoiado sobre a placa, de modo que a direção de incidência do feixe de luz fosse perpendicular ao corpo de prova (Figura 1).

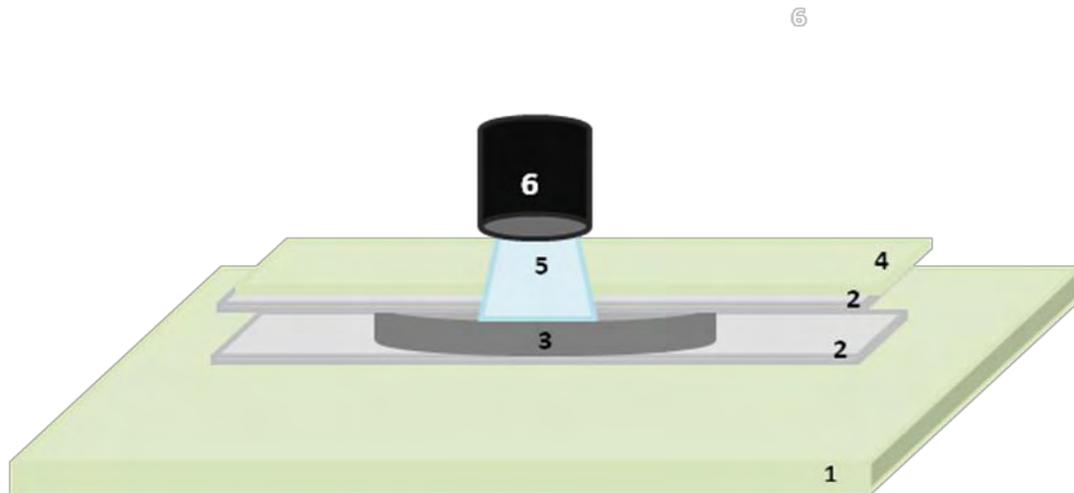


FIGURA 1. Confeção dos corpos de prova para avaliação do grau de conversão e da dureza: placa de vidro de 10mm(1), tira de poliéster (2), matriz metálica (3), lamina de vidro (4), feixe de luz (5), ponteira do fotoativador (6).

Análise do Grau de Conversão por Espectroscopia de Infravermelho por Transformada de Fourier (FT-IR)- Artigo 1 e 2

Cinco pastilhas de resina fotopolimerizada de 8mm de diâmetro foram confeccionadas em um pastilhador metálico (Perkin Elmer, Beaconsfield Bucks, Inglaterra) a partir de cinco miligramas de pó provenientes da trituração dos cinco discos de resina misturados com 100 mg de brometo de potássio e prensados à 10 toneladas em uma prensa (SKAY, São José do Rio Preto, Brasil) por um tempo de 60 segundos. Para análise de conversão, estas pastilhas foram comparadas a outras 5

pastilhas feitas a partir da mistura de uma pequena porção de resina não fotopolimerizada a 100mg KBr e prensados da mesma forma (Figura 2).

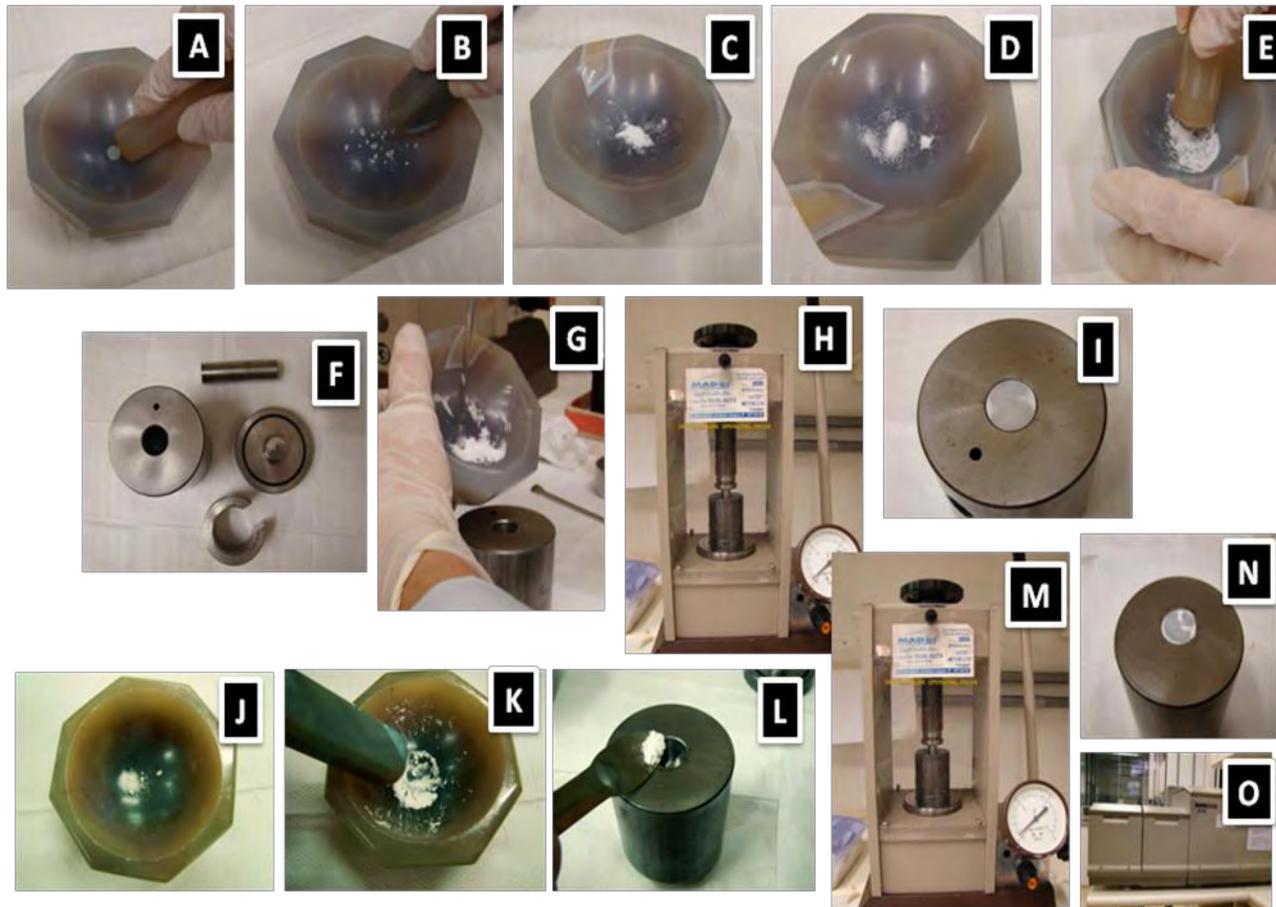


Fig 2. Confeção de pastilhas fotopolimerizadas e não fotopolimerizadas

Confeção da pastilha fotopolimerizada:

Fig. 2A-Disco de resina pronto para ser triturado

Fig. 2B-Trituração do disco de resina

Fig. 2C-Obtenção de um fino pó

Fig. 2D-Mistura de 5mg do fino pó de resina triturado misturado a 100mg de KBr

Fig. 2E-Homogeneização da mistura

Fig. 2F-Pastilhador metálico utilizado

Fig. 2G-Colocação da mistura no pastilhador para confecção da pastilha

Fig. 2H-Pastilhador na prensa com 10t por 60'

Fig. 2I-Pastilha fotopolimerizada pronta

Confecção da pastilha não polimerizada:

Fig. 2J-Pequena porção de resina não polimerizada a ser misturada a 100mg de KBr

Fig. 2K-Homogeneização da mistura

Fig. 2L-Colocação da mistura no pastilhador para confecção da pastilha

Fig. 2M-Pastilhador na prensa com 10t por 60'

Fig. 2N-Pastilha não fotopolimerizada pronta

Fig. 2O- Aparelho de FT-IR no qual as pastilhas foram colocadas para a obtenção do espectro

Análise da microdureza superficial Knoop - Artigo 1

Após a confecção dos corpos de prova, os mesmos foram levados a um durômetro Micromet S103 (Buehler, Japão). Os corpos-de-prova foram colocados a um dispositivo metálico circular que ofereceu a estabilização dos mesmos ao durômetro. O teste foi realizado com uma carga de 30 gramas força (gf) e tempo de ensaio mecânico de 15 segundos (Figura 3).

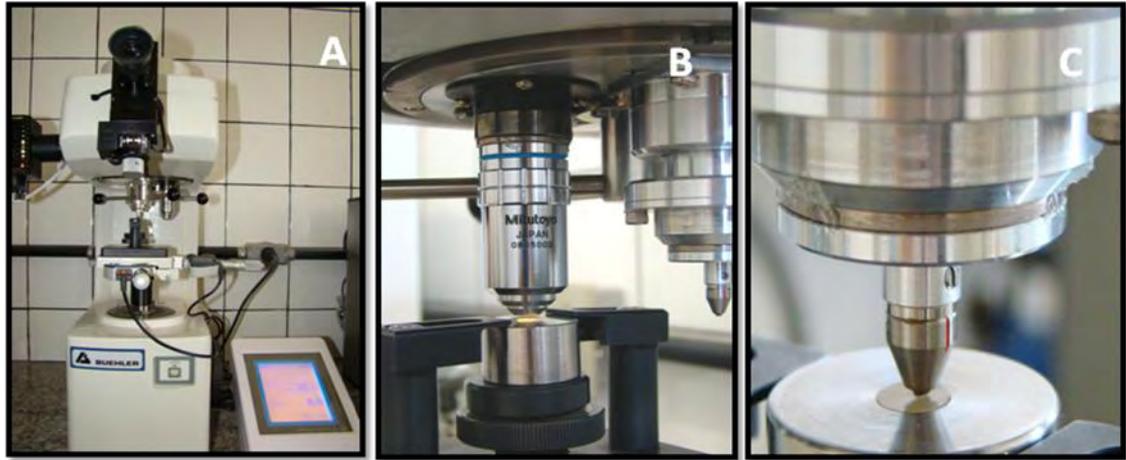


Fig 3- Teste de microdureza superficial Knoop

Fig. 3A- Durômetro utilizado

Fig. 3B- Corpo de prova colocado ao dispositivo metálico e levado ao durômetro; seleção da área analisada através da lente de aumento

Fig. 3C- Impressão do diamante no corpo de prova

Avaliação da densidade de potência – Artigo 2

A potência dos aparelhos foi aferida pelo potenciômetro (Labmax –TOP, Coherent, Portland, OR. USA).

Para o aparelho Ortholux, a ponta guia foi encostada ao sensor do potenciômetro. O aparelho foi acionado pelo tempo proposto no estudo, e a potência (P) obtida em *miliwatts* (mW).

Para o aparelho Valo, este foi estabilizado em uma base metálica e foi realizada a padronização da distância em relação ao potenciômetro, de modo que obtivesse a mesma potência obtida pelo

Ortholux. O aparelho foi acionado pelo tempo proposto no estudo e a potência (P) obtida em *miliwats* (mW).

Os valores da densidade de potência foram obtidos em *miliwats* por centímetro quadrado (mW/cm²) de acordo com a fórmula:

$$I = P/A$$

Sendo:

I = Densidade de Potência;

P = Potência

A = Área (πr^2)

r = raio

$\pi = 3,14$

Tabela 1- Potência e densidade de potência dos aparelhos fotoativadores utilizados

Aparelho	Potência (W)	Área (cm ²)	Densidade de potência(mW/c m ²)	Fabricante
Ortholux	380	0,442	859,72	3M, Unitek, Monrovia, CA, EUA
Valo	608*	0,708	858,75	Ultradent Products Inc, South Jordan, UT, EUA.

*Valor da potência com afastamento de 17mm

Confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de grau de conversão e dureza – Artigo 2

Para a confecção de cada disco, de 6 mm de diâmetro por 1mm de espessura, as resinas foram inseridas em um único incremento em um molde metálico, posicionado sobre uma placa de vidro com espessura de 10mm. Cada uma de suas superfícies superior e inferior foi coberta por uma tira de poliéster, sendo que sobre a superior, uma lâmina de vidro de 1mm de espessura foi colocada. A fotoativação foi realizada com o aparelho de fotopolimerização apoiado sobre a placa, de modo que a direção de incidência do feixe de luz fosse perpendicular ao corpo de prova. A ponta guia do Ortholux permaneceu enconstada a lâmina de vidro e a ponta guia do Valo permaneceu a uma distância de 17mm. (Figura 4 e 5)

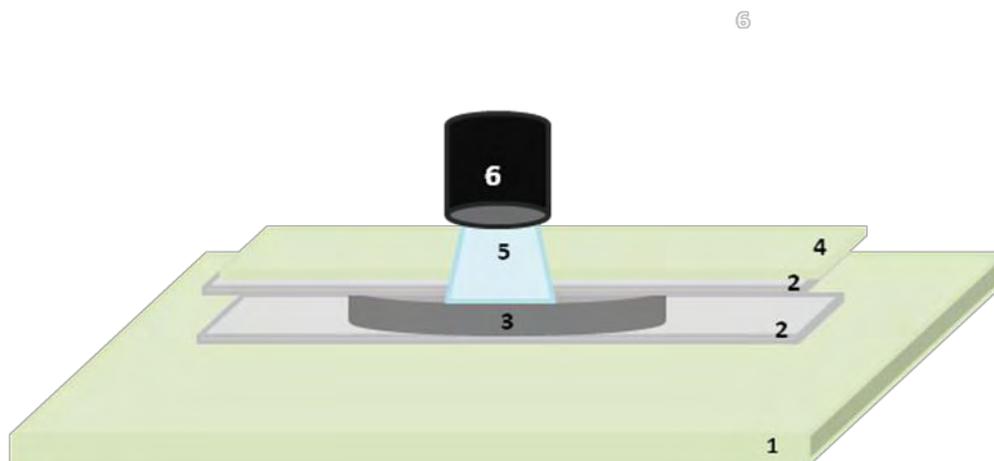


FIGURA 4. Confecção dos corpos de prova fotopolimerizadas pelo LED de 2ª geração para avaliação do grau de conversão: placa de vidro de 10mm(1), tira de poliéster (2), matriz metálica (3), lamína de vidro (4), feixe de luz (5), ponteira do fotoativador (6).

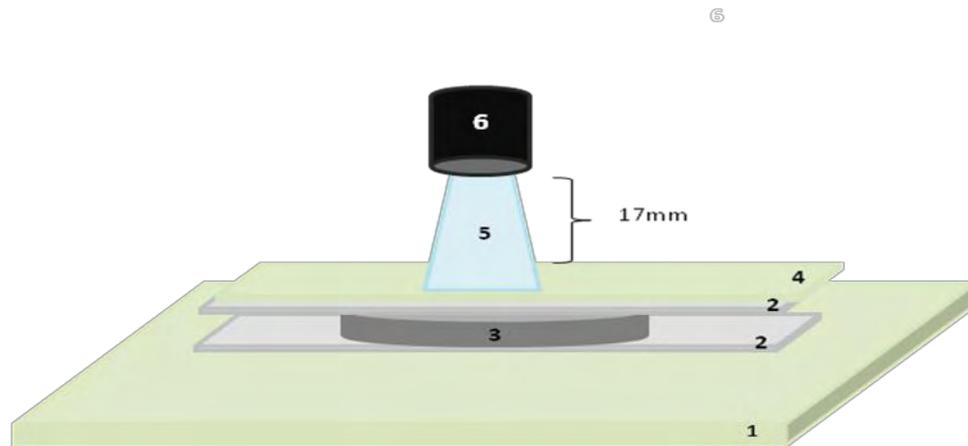


FIGURA 5. Confeção dos corpos de prova fotopolimerizados pelo LED de 3ª geração para avaliação do grau de conversão: placa de vidro de 10mm(1), tira de poliéster (2), matriz metálica (3), lamina de vidro (4), feixe de luz (5), ponteira do fotoativador (6).

Autorizo a reprodução deste trabalho.

(Direitos de publicação reservados ao autor)

Araraquara, 21 de setembro de 2012.

PATRÍCIA ALVES FERREIRA AMATO