

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Faculdade de Odontologia de Araraquara

MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS

*Influência do tipo de ponteira
utilizada na fotoativação sobre o grau
de conversão, dureza e resistência à
compressão de resinas compostas*

Araraquara

2010

Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho”

Faculdade de Odontologia de Araraquara

MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS

Influência do tipo de ponteira utilizada na fotoativação sobre o grau de conversão, dureza e resistência à compressão de resinas compostas

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

Orientador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

Co-Orientadora: Prof^a. Dr^a. Alessandra Nara de Souza Rastelli

Araraquara

2010

MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS

*Influência do tipo de ponteira utilizada na
fotoativação sobre o grau de conversão, dureza e
resistência à compressão de resinas compostas*

COMISSÃO JULGADORA

DISSERTAÇÃO PARA OBTENÇÃO DO GRAU DE MESTRE

Presidente e Orientador: Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade

2º Examinador: Prof^a. Dr^a. Silmara Aparecida Milori Corona

3º Examinador: Prof. Dr. José Roberto Cury Saad

Araraquara, 05 de agosto de 2010.

DADOS CURRICULARES

Marília Regalado Galvão Rabelo Caldas

Nascimento: 02/10/1981 - Natal/RN

Filiação: João Carlos Fagundes Galvão
Lenira Regalado Galvão

2001-2005: Curso de Graduação em Odontologia na Universidade Federal do Rio Grande do Norte – UFRN.

2006-2007: Curso de Especialização em Periodontia na Academia Norte-Rio-Grandense de Odontologia.

2008-2008: Curso de Atualização em Estética e Cosmética na Associação Paulista de Cirurgiões Dentistas Regional de Araraquara – APCD.

2008-2010: Curso de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, Área de Concentração em Dentística Restauradora, nível Mestrado - Faculdade de Odontologia de Araraquara - FOAr/UNESP.

Associações: Associação Brasileira de Odontologia - ABO/RN
Sociedade Brasileira de Pesquisa Odontológica - SBPqO



DEDICATÓRIA

DEDICATÓRIA

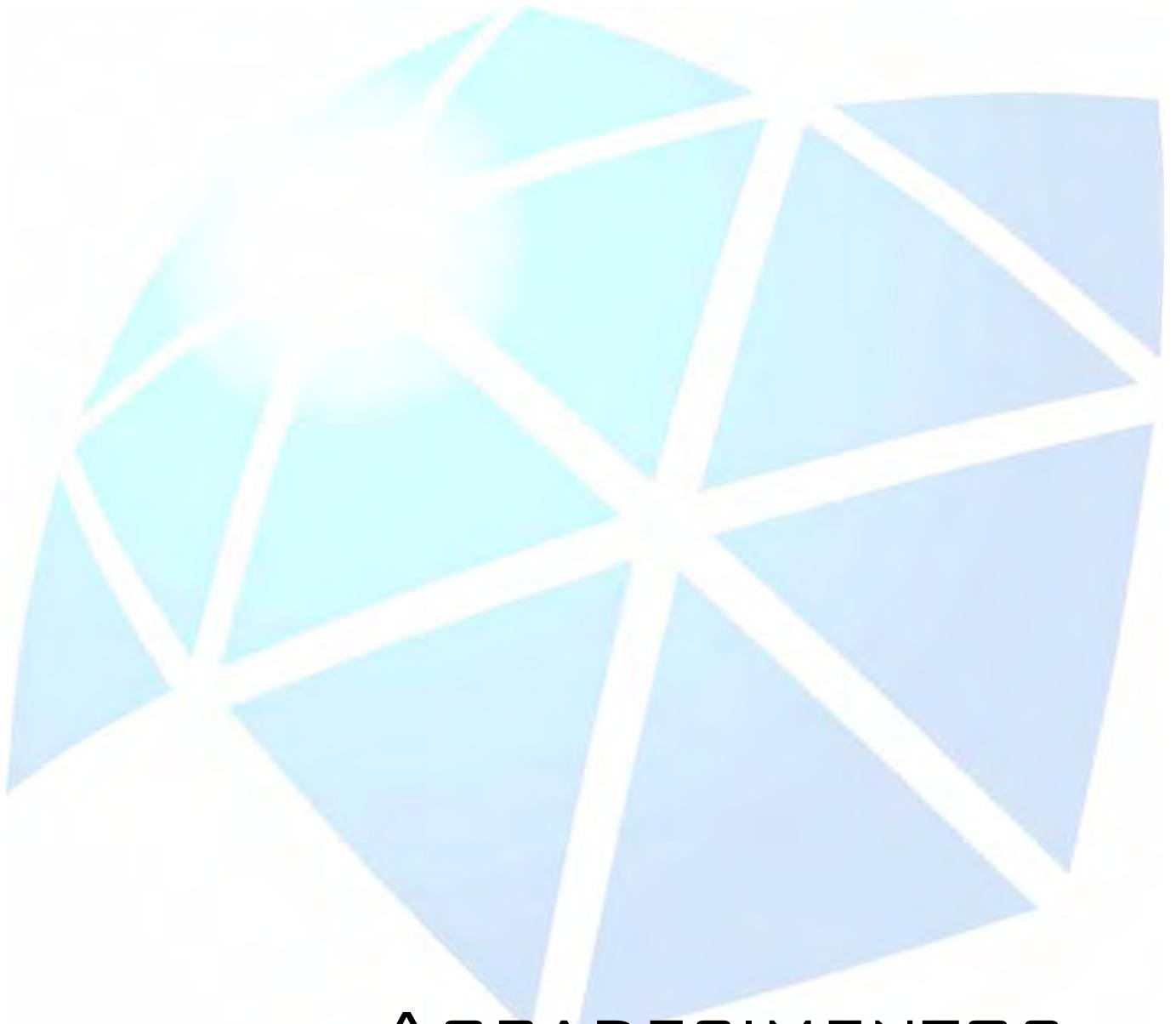
Dedico este trabalho primeiramente à Deus, por ter me dado o dom da vida, os ensinamentos e por estar sempre presente em minha vida.

Aos meus pais, João Carlos e Lenira, que representam para mim exemplos de amor, honestidade, caráter e companheirismo. Agradeço a vocês a minha formação humana e profissional. Obrigada pelo incentivo, por todo o carinho, compreensão e paciência nos momentos ausentes, como também pelo amor incondicional... Amo muito vocês!!!

Ao meu esposo, Sergei Rabelo, por todo seu amor, carinho, companheirismo, apoio, paciência e incentivo. Agradeço a Deus por tê-lo colocado em meu caminho, e estar sempre compartilhando de todos os momentos importantes de minha vida. Esses 8 anos juntos nos fez amadurecer e ter a certeza que queremos passar o resto de nossas vidas juntos. Obrigada por me fazer tão feliz, meu amor... Te amo muito!!!!!!

*"A família é a base da sociedade, e
o lugar onde as pessoas aprendem
pela primeira vez os valores que
lhes guiam durante toda a vida."*

Papa João Paulo II



AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

Às minhas irmãs, **Camila e Beatriz**, pelo carinho, incentivo e união. Acho que tivemos muita sorte em ter nascido em um lar onde nossos pais sempre nos deram tudo: amor, tranqüilidade, paz, harmonia, educação, lazer, conselhos, ensinamentos, apoio, o que com certeza nos proporcionou sermos filhas de quem eles têm muito orgulho...Agradeço sempre em tê-las como irmãs e saber que sempre poderei contar com vocês. Desculpa pela ausência no momento tão importante na vida de vocês...Amo vocês!!

À minha querida **Fujú**, uma pessoa mais que especial em minha vida. Sempre muito difícil vir para Araraquara e deixá-la com coração partido... Amo muito você!!

À minha querida amiga **Simone Xavier**, pessoa maravilhosa, a qual tive o prazer de conhecer e admirar como pessoa e profissional. Obrigada pelo seu carinho, amizade, incentivo e palavras de apoio. Você é muito especial para mim.



**A GRADECIMENTOS
ESPECIAIS AOS
ORIENTADORES**

A GRADECIMENTOS ESPECIAIS

AOS ORIENTADORES

Agradeço ao meu Orientador, Prof. Dr. Marcelo Ferrarezi de Andrade, primeiramente a maneira gentil e carinhosa com que me recebeu desde o início aqui em Araraquara. Muito obrigada por todas as oportunidades que o senhor me proporcionou, pela orientação, amizade e confiança sempre em mim depositada. O admiro e o respeito pela sua simplicidade, humildade, bom humor e especialmente pela sua disponibilidade sempre em ajudar a todos. Muito Obrigada!!

À minha Co-orientadora, Profa. Dra. Alessandra Rastelli pelos ensinamentos, confiança e incentivo. Por me ajudar sempre no que precisei, e não medir esforços em me passar o seu conhecimento. Saiba que minha admiração pela senhora é enorme, e que sou muito grata por tudo que fez por mim. Muito Obrigada!!



AGRADECIMENTOS

AGRADECIMENTOS

À Universidade Estadual Paulista Júlio de Mesquita Filho - UNESP, na presença de seu Magnífico Reitor, Prof. Dr. Herman Jacobus Cornelis Voorwald.

À Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista representada pelo Prof. Dr. José Claudio Martins Segalla (Diretor) e Profa. Dra. Andréa Affonso Barreto Montandon (Vice-Diretora).

Ao Programa de Pós-Graduação em Ciências Odontológicas, da Faculdade de Odontologia de Araraquara, coordenado pela Profa. Dra. Josimeri Hebling, e Prof. Dr. Edson Alves de Campos pela contribuição em minha formação profissional.

Aos docentes da disciplina de Dentística Restauradora: Prof. Dr. Osmir Batista de Oliveira Júnior, Prof. Dr. José Roberto Cury Saad, Prof. Dr. Sizenando de Toledo Porto Neto e Prof. Dr. Edson Alves de Campos pelos ensinamentos, respeito, acolhimento, amizade, confiança e por tornar real um sonho da minha vida.

Aos amigos e colegas de pós-graduação: Fernanda Jassé, Máryra Piccioni, Taís Martinez, Janaína Bortolatto, Fabiana Takatsui,

Carlos Borges, Carolina Pratti, Andiara Ribeiro, Juliana Boaventura, Fernando Flórez, pela amizade, apoio e agradável convivência.

Aos demais colegas da Pós-Graduação do mestrado e doutorado pelo acolhimento, carinho e atenção.

Aos amigos e colegas, *Bruno, Ana Luisa, Norberto, Gustavo, Fábio, Carol, Antônio, Fabiana, Leila, Camilla, Andrés e Denise* pelos momentos excelentes e descontraídos, tornando esta jornada aqui em Araraquara mais alegre e fácil. A companhia de vocês foi essencial...

Aos meus queridos sogros *João Batista Rabelo Caldas e Maria Terezinha Rabelo Caldas*, meus cunhados *Vladimir, Boris, Alexandre e Ruthnaldo*, e minhas concunhadas *Juliana e Kalyna*, pelo carinho, amizade e convivência sempre tão agradável.

Às minhas amigas Natalenses, *Renatinha Barbosa, Lelly Sandra e Tatiana Stuart* pela amizade verdadeira. Mesmo com a distância sei que posso contar com o apoio, carinho e palavras sinceras de vocês!!

Aos funcionários da Seção de Pós-Graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, *Mara Cândida Munhoz do Amaral, Rosângela Aparecida Silva dos Santos, José Alexandre Garcia e Flávia Souza de Jesus*, pelo carinho, disponibilidade e auxílio.

Aos funcionários do Departamento de Dentística da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, **Dona Cida, Vanderlei, Marinho, Creusa e Neli**, pelo apoio, amizade e carinho com que sempre me trataram.

Aos funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, pela ajuda na busca de informações, artigos e livros.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES), pelo auxílio financeiro concedido durante o curso.

Ao Grupo de Óptica do Instituto de Física de São Carlos, em especial ao Prof. Dr. **Vanderlei Salvador Bagnato** pela disponibilização de toda a estrutura física para a realização de parte da pesquisa.

À Mara (representante da 3M ESPE em Ribeirão Preto) e ao José Maurício (representante da DMC) pela disponibilização das resinas e do aparelho fotoativador utilizados nesta pesquisa.

E a todos aqueles que de alguma forma colaboraram com esta etapa de minha vida...



SUMÁRIO

SUMÁRIO

RESUMO.....	16
ABSTRACT.....	19
1 INTRODUÇÃO E REVISÃO DA LITERATURA.....	22
2 PROPOSIÇÃO.....	32
3 ARTIGOS.....	34
ARTIGO 1 Evaluation of degree of conversion and hardness of dental composites photo-activated with different light guide tips.....	35
ARTIGO 2 Compressive strength of dental composites photo- activated with different light guide tips.....	62
4 CONSIDERAÇÕES FINAIS.....	82
5 REFERÊNCIAS.....	86
6 APÊNDICE.....	92
MATERIAL.....	93
MÉTODO ARTIGO 1.....	96
MÉTODO ARTIGO 2.....	102



RESUMO

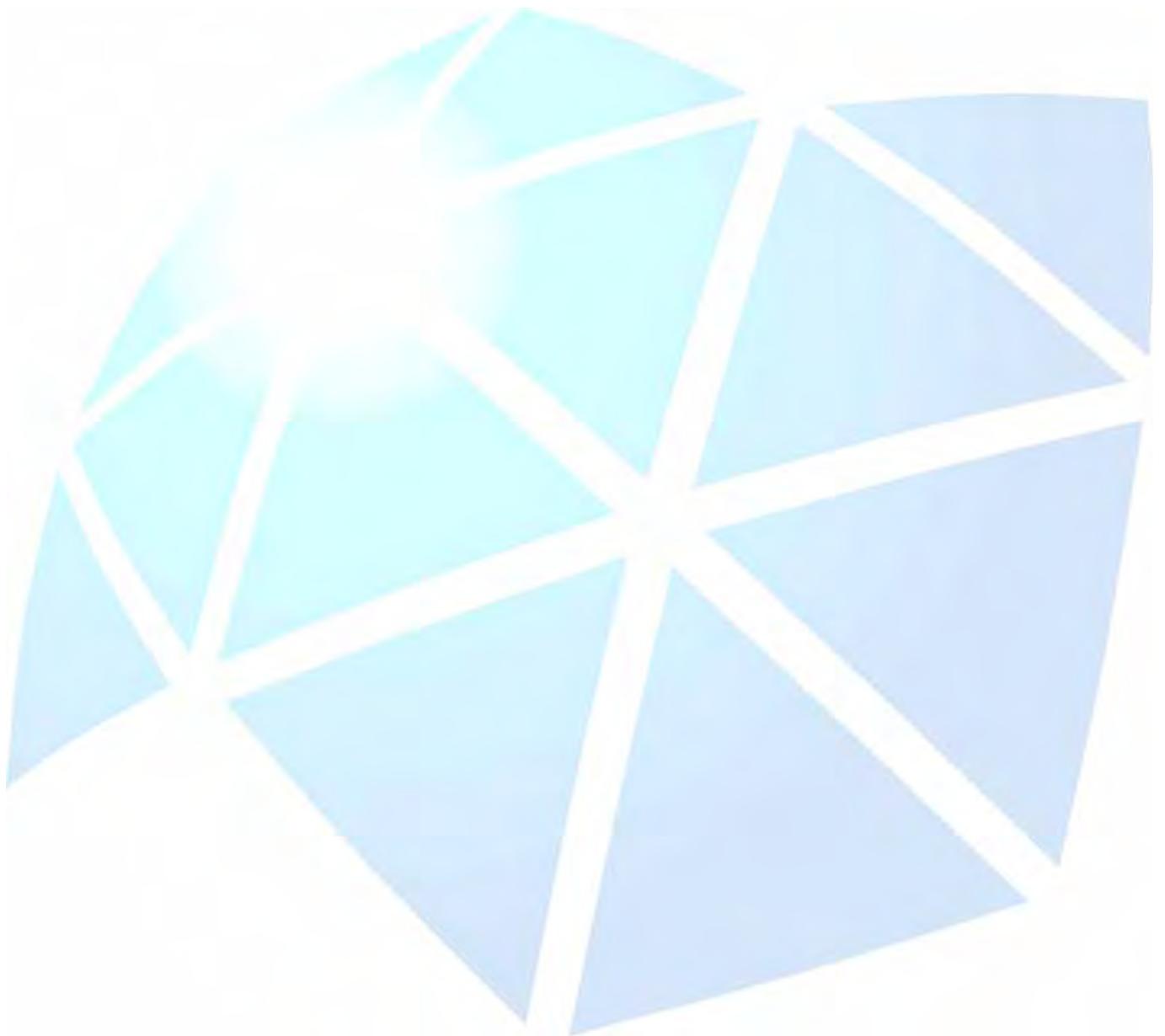
Caldas MRGR. Influência do tipo de ponteira utilizada na fotoativação sobre o grau de conversão, dureza e resistência à compressão de resinas compostas [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

RESUMO

O objetivo deste trabalho, dividido em dois estudos, foi avaliar: (1) a influência dos tipos de ponteiras (fibra óptica e polímero) utilizadas em um aparelho fotoativador à base de LED (Ultrablue IS - DMC) sobre o grau de conversão e dureza de uma resina composta microhíbrida (FiltekTM Z250) e uma nanoparticulada (FiltekTM Supreme XT); e (2) a influência dos tipos de ponteiras (fibra óptica e polímero) utilizadas em um aparelho fotoativador à base de LED (Ultrablue IS - DMC) sobre a resistência à compressão de uma resina composta microhíbrida (FiltekTM Z250) e uma nanoparticulada (FiltekTM Supreme XT). No primeiro estudo, para os testes de grau de conversão (GC) e dureza, cinco corpos-de-prova com 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura (ISO 4049), foram confeccionados para cada grupo avaliado. O grau de conversão foi analisado pelo Espectrofotômetro Nexus - 470 FT-IR. Para o teste de dureza Vickers, os corpos-de-prova foram levados ao Durômetro Micromet 2100 (Buehler, EUA) onde foi utilizada uma carga de 50 gramas força (gf) e tempo de 30 segundos. Para cada corpo-de-prova oito medidas foram realizadas nas superfícies de topo e base. Os dados obtidos para o GC e dureza foram analisados estatisticamente pelo teste de Análise de Variância (ANOVA) e Tukey. No segundo estudo, para o teste de resistência à compressão foram confeccionados oito corpos-de-prova com 8 mm de altura e 4 mm de diâmetro. O teste foi realizado na máquina de ensaio universal EMIC

com célula de carga de 5 kN à velocidade de 0,5 mm/min. Os dados obtidos foram analisados estatisticamente pelo teste ANOVA e o teste *Tamhane*. Os resultados demonstraram que o GC e dureza foram influenciados pelas ponteiras, sendo a dureza também influenciada pelo tipo de resina composta utilizada. A resina composta microhíbrida fotoativada com a ponteira de fibra óptica apresentou maiores valores do GC e dureza. Os menores valores do GC e dureza foram verificados com a resina composta nanoparticulada fotoativada com a ponteira de polímero. No segundo estudo, os diferentes tipos de ponteiras não tiveram influência na resistência à compressão de resinas compostas. Contudo houve diferença estatisticamente significativa entre a resina composta microhíbrida fotoativada com a ponteira de fibra óptica e a resina composta nanoparticulada. Desta maneira, baseados nos resultados apresentados nos dois estudos, pode-se concluir que com a utilização da ponteira de fibra óptica obteve-se melhores resultados no grau de conversão e dureza. E a associação da ponteira de fibra óptica com a resina composta microhíbrida promoveu um maior valor de resistência à compressão.

PALAVRAS-CHAVE: Resinas compostas; luzes de cura dentária; espectroscopia Infravermelho transformada de Fourier; propriedades físicas e químicas.



ABSTRACT

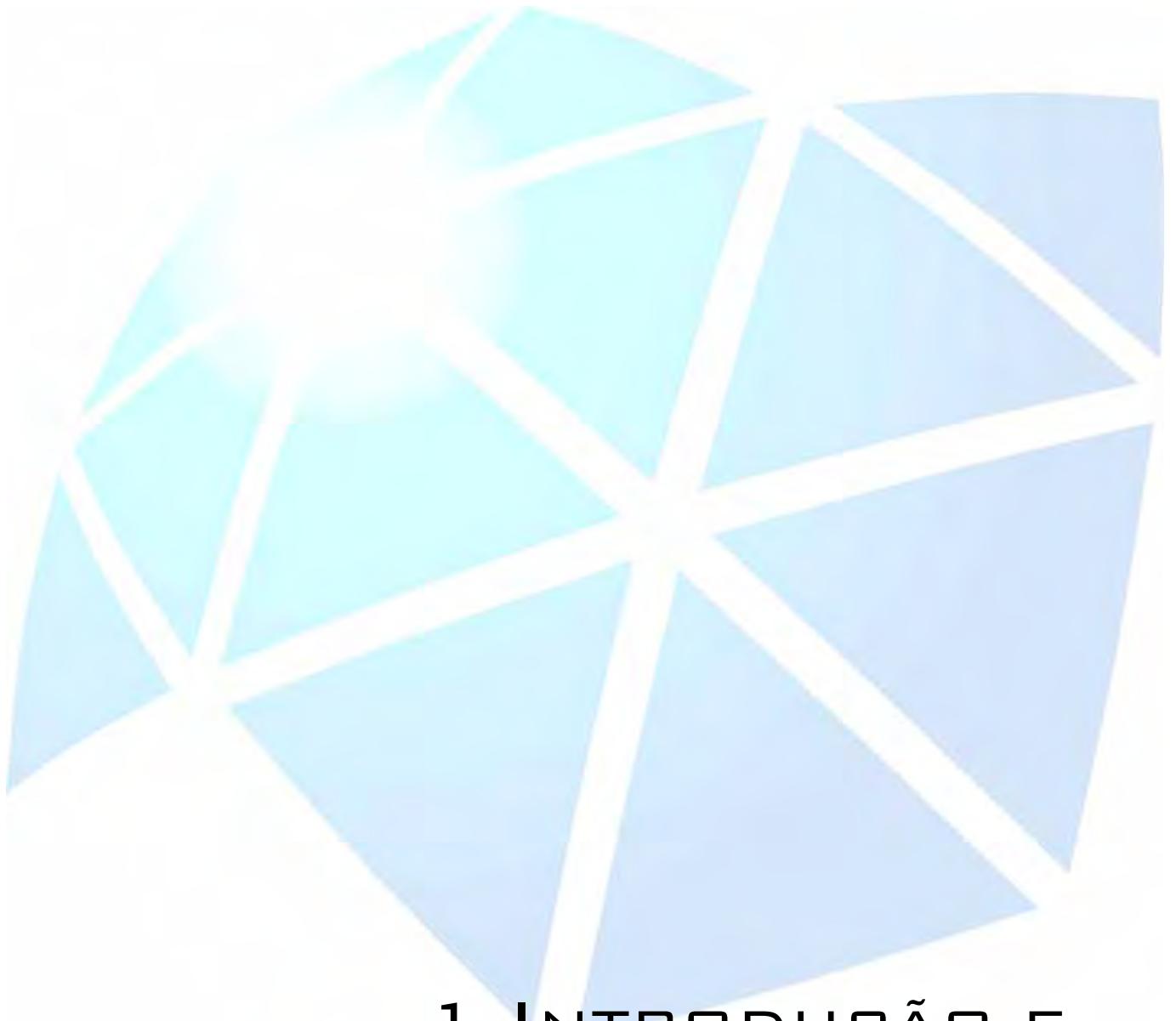
Caldas MRGR. Influence of light guide tip used in the photo-activation on degree of conversion, hardness and compressive strength of composite resins [Dissertação de Mestrado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia da UNESP; 2010.

ABSTRACT

The aim of this work, divided into two studies, was evaluate: (1) the influence of types of light guide tips (fiber optic and polymer) used in a photo-activation based on LED (Ultrablue IS - DMC) on the degree of conversion and hardness one microhybrid FiltekTM Z250 and one nanofilled FiltekTM Supreme XT composite resins; and (2) the influence of types of light guide tips (fiber optic and polymer) used in a photo-activation based on LED (Ultrablue IS - DMC) on the compressive strength of one microhybrid FiltekTM Z250 and one nanofilled FiltekTM Supreme XT composite resins. In the first study, to test the degree of conversion (GC) and hardness, five samples 4 mm in diameter and 2 mm in thickness (ISO 4049) were made for each group evaluated. The degree of conversion was evaluated by Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR). For the Vickers hardness test, the samples were brought to the durometer Micromet 2100 (Buehler, USA) where was used a load of 50 gram force (gf) and time of 30 seconds. For each sample test measurements were performed eight measures on the surfaces of top and bottom. The data obtained for the GC and hardness test were statistically analyzed by Analysis of Variance (ANOVA) and Tukey's test. In the second study to test the compressive strength eight samples (4 mm in diameter and 8 mm in thickness) were made for each group evaluated, and the test was conducted in a universal testing machine EMIC with load cell 5 kN and speed of 0,5 mm/min. The data were statistically analyzed by

ANOVA test and *Tamhane's* test. The results showed that the GC and hardness were influenced by the light guide tip, and the hardness also influenced by the type of resin used. The microhybrid composite resin photo-activated with the fiber optic light tip had higher values of GC and hardness. The lowest values of GC and hardness were observed with nanofilled composite resin photo-activated with polymer light tip. In the second study, the different types of light guide tip had no influenced on compressive strength of composites. However, there was a statistically significant difference between the mycrohibrid composite resin photo-activated with the fiber optic light tip and the nanofilled resin composite. Thus, based on the results presented in the two studies, concluded that using the fiber optic light tip was obtained best results in the degree of conversion and hardness. And the association of the fiber optic light tip with the microhybrid composite resin promoted higher values of compressive strength.

KEYWORDS: Composite resins; curing lights dental; spectroscopy, Fourier transform infrared; physical and chemical properties.



1 INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA

1 INTRODUÇÃO E REVISÃO DE LITERATURA

Uma grande valorização da estética tem influenciado o convívio social, as relações profissionais e a auto-estima dos indivíduos. A Odontologia, respondendo a esta exigência, tem demonstrado grande avanço no desenvolvimento de novas técnicas e materiais que possibilitem a obtenção do melhor resultado estético, ao mesmo tempo em que preserva ao máximo a estrutura dental sadia⁸.

Os compósitos dentais são uma importante classe de materiais amplamente utilizados em procedimentos restauradores. Nos dias atuais, a popularidade das restaurações estéticas tem promovido rápido aumento no uso das resinas compostas. Métodos e aparelhos para preparo e polimerização das resinas vêm se desenvolvendo simultaneamente, passando pelas resinas quimicamente ativadas para a mais moderna forma de ativação, por meio da luz. Devido à polimerização das resinas, por meio da luz, depender das características e tipo da fonte de radiação usada, acredita-se que o caminho para se obter melhores propriedades na restauração final é a melhoria dos aparelhos fotoativadores. Nesta direção, novos tipos de fontes de luz vêm sendo testadas para verificar sua habilidade no uso clínico^{6,13,35}.

Inicialmente, a polimerização era feita utilizando-se aparelhos que emitiam luz ultravioleta, mas por esta apresentar curta vida útil de suas lâmpadas, limitada profundidade de polimerização, como também ser uma radiação prejudicial à vida humana, foi substituída pelos aparelhos que emitem luz visível. Tal fonte de luz visível proporciona mais efetividade de polimerização e garante mais segurança à saúde do profissional, corpo auxiliar e dos pacientes²¹.

A maioria dos aparelhos fotoativadores são dispositivos manuais que contêm a fonte de luz e são equipados com um guia rígido para a luz, feito de fibras ópticas fundidas. Antigamente, a lâmpada halógena era a fonte de luz mais utilizada para polimerização de compósitos. Contudo, a produção de calor é uma de suas maiores desvantagens. Outra inconveniência é que, a lâmpada, o refletor e o filtro se degradam com o tempo devido a altas temperaturas operacionais causadas pela grande quantidade de calor produzida durante os ciclos de funcionamento. Este efeito leva à redução na efetividade da polimerização, promovendo inadequadas propriedades físicas e aumento no risco de falhas prematuras das restaurações^{18,22,29,37}.

Outros tipos de fontes luminosas também foram introduzidos no mercado, como os fotoativadores de arco de plasma (PAC) e o laser. Estes oferecem algumas vantagens sobre lâmpadas halógenas de quartzo-tungstênio, mas apresentam custo mais elevado, pois os aparelhos são grandes e pesados, de manutenção difícil e dispendiosa, e a alta intensidade de luz gera alta tensão de contração, que pode ser prejudicial à interface dente-restauração^{17, 21}.

Mais recentemente, para superar os problemas inerentes à luz halógena, os diodos emissores de luz (LEDs) têm sido utilizados para fotoativação de materiais resinosos. Os LEDs apresentam vantagens em relação à luz halógena, tais como: promovem aquecimento bastante reduzido, não emitem comprimentos de onda desnecessários, e por isso não necessitam de filtros, filamento ou ventilador, são silenciosos, manutenção fácil, possuem longa durabilidade e têm tempo de vida útil superior a 10 mil horas^{4,17,31}.

Dentre os componentes dos aparelhos fotoativadores, temos o sistema condutor de luz, no qual, após a filtragem, no caso das lâmpadas halógenas, a luz azul é exteriorizada do aparelho por meio de um condutor composto por fibras ópticas. Os aparelhos fotoativadores do tipo pistola são os mais utilizados atualmente e, nestes modelos, o sistema condutor de luz é baseado numa sonda rígida que contém as fibras ópticas envolvidas por um material vítreo (ponteira), recobertas por vidro âmbar ou metal. Outro tipo de material encontrado recobrindo as ponteiras são os polímeros transparentes^{2, 21}.

O tipo de material das ponteiras pode interferir na passagem de luz no seu trajeto, aumentando a sua dispersão. Alguns fabricantes oferecem uma variedade de ponteiras intercambiáveis com variação do material que as reveste, diâmetro, angulações e formas da ponta, com o objetivo de facilitar o acesso às diferentes regiões ou cavidades. No entanto, estas diferenças podem interferir nos valores de densidade de potência, o que teria repercussão direta no processo de polimerização dos materiais¹⁶.

Desde a introdução da polimerização das resinas compostas por meio da luz, a qualidade da polimerização tem sido de grande interesse por parte dos pesquisadores. Por essa razão, novas tecnologias vêm sendo desenvolvidas para proporcionar a produção adequada de densidade de potência necessária para uma eficiente conversão dos monômeros resinosos em polímeros, resultando na melhoria de suas propriedades físicas e químicas, que podem ser analisadas e estudadas por diversos métodos, como os testes de dureza, análise do grau de conversão e resistência à compressão^{1, 12, 19, 23}.

Durante o processo de fotoativação, a luz que passa pelo compósito dental pode ser absorvida, espalhada ou difundida. Desta maneira a densidade

de potência é atenuada e sua efetividade é reduzida, principalmente quando a profundidade é aumentada. O grau de conversão (%) depende da densidade de potência, do tempo de irradiação, do comprimento de onda da fonte de energia, de fatores relacionados às ponteiras dos aparelhos fotoativadores, e da composição do material. Todos estes fatores influenciam fortemente o grau de conversão (%), que é o número de duplas ligações de carbono que são convertidas em ligações simples das resinas compostas obtendo-se ótimas propriedades físico-químicas e desempenho clínico. Portanto, desempenha um importante papel na determinação do sucesso final da restauração^{3,7,10,11,20,24-26, 32,34,37}.

Sabe-se que o grau de conversão das resinas compostas fica em torno de 55 a 73% e uma incompleta polimerização pode ser principalmente devido às limitações na mobilidade das moléculas ordenadas pela rápida formação de uma cadeia polimérica³.

Uma inadequada polimerização das resinas compostas tem sido associada com baixas propriedades físicas, alta solubilidade, manchamento, baixa retenção, respostas pulpares adversas e baixa biocompatibilidade, que podem afetar a atuação clínica dos procedimentos restauradores³⁰.

A efetividade da polimerização pode ser avaliada diretamente ou indiretamente. Um dos métodos mais utilizados para avaliar o grau de polimerização de uma resina composta é o teste de dureza. A propriedade de dureza é uma das mais importantes para comparar materiais restauradores, e é definida como resistência à indentação ou penetração permanente na superfície. É uma propriedade mecânica que sempre deve ser levada em

consideração, principalmente quando estamos diante de áreas com grandes esforços mastigatórios³⁰.

Alguns dos métodos mais comuns de teste de dureza dos materiais restauradores são Brinell, Knoop, Vickers, Rocwell, Barcol e teste de dureza Shore A, cada um difere do outro e apresenta vantagens e desvantagens. Os vários testes de dureza diferem no material que produz a indentação, na geometria e na carga. O teste de dureza Vickers consiste em um indentador de diamante em formato de pirâmide de 136º que é forçado para dentro do material com aplicação de carga definida. As duas diagonais de indentação são medidas usando a microscopia e suas médias são calculadas^{5,36}.

Os valores de dureza têm mostrado forte correlação com o grau de conversão que pode ser mensurado pelos métodos vibracionais, como a Espectroscopia Infravermelho Transformada de Fourier (FT-IR) ou Espectroscopia Raman²⁷. O FT-IR tem sido usado para avaliar o grau de conversão de resinas compostas fotoativadas, detectando as vibrações das duplas ligações de carbono antes e após a polimerização do material²⁹.

Outra propriedade mecânica importante para as resinas compostas é a resistência à compressão e cisalhamento, que indica a habilidade demonstrada por um material para suportar estresses verticais, pois se sabe que durante o ato mastigatório as forças que são transmitidas a essas restaurações podem fraturá-las ou então promover a fratura dental¹⁴.

A resistência à compressão do esmalte (384 MPa), da dentina (297 MPa) e a resistência à fratura dos dentes naturais (molar: 305 MPa; pré-molar: 248 MPa) podem servir como padrão mecânico para estabelecer a resistência ideal das resinas compostas principalmente em dentes posteriores¹⁴.

Com relação às ponteiras dos aparelhos fotoativadores, um dos aspectos mais estudados é a sua geometria, que pode ser descrita como padrão (apresenta diâmetros de entrada e saída similares, portanto, o feixe de luz é canalizado) ou turbo (que concentra o feixe de luz através do pequeno diâmetro de saída)⁴.

No trabalho realizado por Felix, Price⁹ (2003) foi avaliada a relação da densidade de potência com a distância do aparelho fotoativador ao radiômetro. Para tanto foram utilizados dez diferentes aparelhos fotoativadores (QTH, LED e Arco de Plasma) em combinação com dois tipos de ponteiras: padrão e turbo. A irradiação da luz foi mensurada em 0, 3, 6 e 10 mm de distância da ponteira ao radiômetro. E os estudos mostraram que, com o aumento da distância, a irradiação diminui mais rapidamente com a ponteira turbo do que com a padrão.

Corciolani et al.⁴ (2008) investigaram a influência da geometria da ponteira, descrita como padrão ou turbo, na eficácia da polimerização das resinas utilizando-se LED em função da distância da ponteira à restauração. Foram utilizados dois LEDs (Elipar Freelight 2 e o LED Demetron 1), uma resina composta nanoparticulada (Filtek Supreme), quatro ponteiras com geometrias diferentes e distâncias de 0 a 10 mm. Os autores concluíram que, a ponteira tipo turbo foi mais eficiente para distâncias menores ou iguais a 5 mm, já para distâncias maiores do que 5 mm, a ponteira padrão foi mais eficiente.

Vandewalle et al.³³ (2008) avaliaram a influência de dois tipos de ponteiras, uma padrão e outra turbo, de um LED (Bluephase, Ivoclar Vivadent) na distribuição da luz e na dureza em dois tipos de resinas (híbrida e microparticulada). Os autores observaram que, a ponteira padrão teve uma

distribuição de luz mais uniforme que a turbo. A ponteira tipo turbo produziu maior dureza na superfície próxima ao centro da resina e menor dureza na periferia comparada com a ponteira tipo padrão, sugerindo que uma distribuição mais homogênea do feixe de luz resulta em distribuição mais uniforme da dureza na superfície das resinas compostas não somente no topo mas também em diferentes profundidades.

Diferentes unidades de luz, espessura dos incrementos de resina composta e a distância da exposição da luz também podem influenciar nas propriedades físicas dos materiais restauradores²⁸.

Rode et al.²³ (2007) verificaram a influência da distância da ponteira do aparelho fotoativador (0, 3, 6 e 9 mm) na polimerização de uma resina composta pela mensuração da dureza Vickers e grau de conversão, e concluíram que o aumento da distância da ponteira dos aparelhos produziu uma diminuição nos valores de dureza e grau de conversão.

O objetivo dos estudos realizados por Vandewalle et al.³² (2004) foi analisar o grau de conversão de duas resinas compostas, microparticulada (A110, 3M/ESPE) e híbrida (Z100, 3M/ESPE), utilizando-se um aparelho de luz halógena (Optilux 501), e 5 aparelhos fotoativadores à base de LED (Smartlite IQ, LE Demetron 1, Flashlite 1001, Ultra-lume LED5, Den-Mat) empregando-se uma distância de 1 e 5 mm da ponteira ao material restaurador. Os autores verificaram que os mais altos valores de grau de conversão (%) foram os relacionados aos materiais fotoativados a uma distância de 1 mm, utilizando-se a resina híbrida e as fontes de luz Optilux e o Flashlite1001.

Aravamudham et al.¹ (2005) estudaram a correlação entre a profundidade de polimerização e distância da ponteira do aparelho fotoativador

ao material restaurador. Utilizaram para tanto quatro aparelhos à base de LED (Flashlite 1001, Freelight 2, Smartlite IQ e Ultralume 5), um aparelho de lâmpada halógena (Optilux 501) e uma resina composta híbrida A2 (TPH) e as distâncias entre a ponteira e a resina de 0, 2, 4, 6, 8 e 10 mm. E observaram que para todas as fontes de luz a densidade de potência diminui com o aumento da distância.

Outro fator que pode influenciar as propriedades da resinas compostas são os diâmetros das ponteiras acopladas aos aparelhos fotoativadores.

Nitta¹⁷ (2005) investigou a profundidade de polimerização e a dureza de duas resinas, utilizando um LED com ponteiras com três diferentes diâmetros (4, 8 e 10 mm), e observaram que a profundidade de polimerização foi significativamente maior quando se utilizou a ponteira de 4 mm, e com relação a dureza não houve diferença estatisticamente significativa.

No trabalho realizado por Mills et al.¹⁵ (2002), foi avaliado a dureza em função da profundidade de polimerização e a resistência à compressão dos compósitos dentais polimerizados, em tempos de 20 e 40 segundos, com diferentes LEDs e luz halógena. Para este estudo foram utilizados LED LCU 1 (ponteira com diâmetro de 6,1 mm) contendo 27 LEDs azuis, LED LCU 2 (ponteira com diâmetro de 5,8 mm) contendo 54 LEDs azuis, LuxOMax (ponteira com diâmetro de 6,1 mm) contendo 7 LEDs e um aparelho halógeno Spectrum LCU (ponteira com diâmetro de 8,5 mm). Os resultados da dureza mostraram que todas as unidades de luz testadas polimerizaram compósitos suficientemente em profundidade de 2 mm, o que é clinicamente satisfatório. No entanto, com relação à resistência à compressão, os materiais

polimerizados com LuxOMax mostrou resistência à compressão estatisticamente significativa menor do que as outras unidades de luz.

Jandt et al.¹² (2000) analisaram a profundidade de polimerização e resistência à compressão de compósitos dentais com matizes A2 e A4 polimerizados com LED (com ponteira de polímero com diâmetro de 15 mm) ou luz halógena (com ponteira com 9 mm de diâmetro). Os resultados mostraram que, a luz halógena polimerizou os compósitos dentais em profundidades significantemente maiores do que o LED. E que, não houve diferença estatisticamente significativa entre a resistência à compressão das amostras produzidas com o LED ou luz halógena.

Soares et al.²⁹ (2007) avaliaram o grau de conversão de uma resina composta (Charisma/Heraeus-Kulzer) polimerizada por três diferentes aparelhos fotoativadores. Para tal estudo foi utilizado um aparelho de luz halógena, um aparelho à base de LED de baixa intensidade, com ponteira de fibra óptica e de polímero transparente, e finalmente, um aparelho de LED de alta intensidade. Os resultados mostraram que as resinas compostas polimerizadas com o LED de alta intensidade e a luz halógena obtiveram o maior grau de conversão, e o tipo de ponteira não interferiu no grau de conversão das resinas compostas empregadas.

No entanto, deve ser considerada a possibilidade do material que reveste as ponteiras dos aparelhos fotoativadores promoverem a dispersão da luz no seu trajeto até o material restaurador, apesar dos trabalhos que abordem esta questão serem escassos na literatura. Assim, este trabalho tem como objetivo avaliar a influência do tipo de ponteira utilizada na fotoativação sobre o grau de conversão, dureza e resistência à compressão de resinas compostas.



2 PROPOSIÇÃO

2 PROPOSIÇÃO

2.1 OBJETIVO GERAL

O objetivo deste trabalho foi avaliar a influência do tipo de ponteira utilizada nos aparelhos fotoativadores sobre o grau de conversão, dureza e resistência à compressão de duas resinas compostas.

2.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS:

Artigo 1- Evaluation of degree of conversion and hardness of dental composites photo-activated with different light guide tips

Artigo a ser submetido para publicação.

Artigo 2- Compressive strength of dental composites photo-activated with different light guide tips

Artigo a ser submetido para publicação.



3 ARTIGOS

Evaluation of Degree of Conversion and Hardness of Dental Composites Photo-activated with Different Light Guide Tips

MR Galvão · SGFR Caldas

ANS Rastelli · VS Bagnato · MF Andrade

Clinical Relevance

Currently there is a wide variety of light guide tips in market with variation of the diameters, forms and material that it covers them. However these differences may influence the values of power density of the light curing unit, promoting directly impacting the process of photo-activation of composite resins, which may have their mechanical, biological and chemical properties compromised.

Marília Regalado Galvão, MS, student, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State-UNESP, Araraquara, SP, Brazil

Sergei Godeiro Fernandes Rabelo Caldas, MS, student, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State-UNESP, Araraquara, SP, Brazil

Alessandra Nara de Souza Rastelli, DDS, MD, PhD, professor, Discipline Restorative and Operative Dentistry, Department of Restorative of Dentistry, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State-UNESP, Araraquara, SP, Brazil and University of São Paulo, Physics Institute of São Carlos, São Carlos, SP, Brazil

Vanderlei Salvador Bagnato, MD, PhD, professor, University of São Paulo, Physics Institute of São Carlos, São Carlos, SP, Brazil

Marcelo Ferrarezi de Andrade, DDS, MD, professor, Discipline Restorative and Operative Dentistry, Department of Restorative of Dentistry, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State-UNESP, Araraquara, SP, Brazil

*Corresponding author: Prof. Dra. Alessandra Nara de Souza Rastelli, University of São Paulo State – UNESP, Araraquara School of Dentistry, Department of Restorative Dentistry, Araraquara, SP, Brazil. Humaitá St., 1680, Araraquara, SP, Brazil. MailBox: 331. ZipeCode: 14.801-903. Telephone: +55 (016) 3301-6393 Fax: +55 (016) 3301-6393.

e-mail address: alerastelli@yahoo.com.br

SUMMARY

The aim of this study was to evaluate the degree of conversion and hardness of FiltekTM Z250 (3M ESPE, Dental Products St. Paul, MN) and FiltekTM Supreme XT (3M ESPE, Dental Products St. Paul, MN) composites resin photo-activated for 20s (seconds) of irradiation time with two different light guide tips, fiber optic and polymer, coupled on blue LED Ultrablue IS (DMC, SP, Brazil). With the fiber optic light guide tip, power density was of 653 mW/cm² and with the polymer was of 596 mW/cm². Five samples (4 mm in diameter and 2 mm in thickness - ISO 4049), were made for each group evaluated. The measurements for DC (%) were made in a Nexus-470 FT-IR, Thermo Nicolet, E.U.A. Spectroscopy (FTIR). Spectra for both uncured and cured samples were analyzed using an accessory of reflectance diffuse. The measurements were recorded in absorbance operating under the following conditions: 32 scans, 4 cm⁻¹ resolution, 300 to 4000 cm⁻¹ wavelength. The percentage of unreacted carbon double bonds (% C=C) was determined from the ratio of absorbance intensities of aliphatic C=C (peak at 1637 cm⁻¹) against internal standard before and after curing of the sample: aromatic C-C (peak at 1610 cm⁻¹). The Vickers hardness measurements (top and bottom surfaces) were performed in a

hardness testing machine (Buehler MMT-3 digital microhardness tester Lake Bluff, Illinois USA). A 50 gf load was used and the indenter with a dwell time of 30 seconds. The values of microhardness and the degree of conversion were analyzed separately by ANOVA (Analysis of Variance) and Tukey test, with a significance level at 5%. The mean values of degree of conversion for the polymer and fiber optic light guide tips were statistically different ($p<0.001$). The hardness mean values were statistically significant different among the light guide tips ($p<0.001$), but also there was difference between top and bottom surfaces ($p<0.001$). The results showed that the resins photo-activated with the fiber optic light tip promoted higher results in the degree of conversion and hardness.

INTRODUCTION

Light-cured resin composites are widely used in dental restorations, as they are mercury-free and esthetically pleasing to the patient.¹

The introduction of the visible light system for the photo-activation of composite resins had its beginning in 1970 with the use of ultraviolet light. However, due to the adverse effects caused by this light system, it was substituted quickly by the halogen light system.²

Previously, the halogen lamp was the most common light source used for composite photo-activation in light curing units (LCUs). However, heat generation is its major disadvantage. Moreover, the reflector, filter, and bulb can degrade over time due to high operating temperatures caused by a large quantity of heat, which is produced during cycles.³

In recent years, light-emitting diodes (LEDs) have been used to create compact, cordless LCUs. LED technology is considered very promising for use

in LCUs. It has a working lifetime of over 10,000 h, can have wavelength peaks of around 470 nm, the ideal range for activating the most popular photo-initiator, camphorquinone (CQ), it is not necessary to use filters with a longer lifetime and which portable. In addition, the thermal emission of the LED light-curing units is significantly lower than that of halogen lamp light-curing units. Dental resins irradiated using blue light LEDs have been reported to have a higher degree of polymerization, a more stable three-dimensional structure, and a significantly greater curing depth than those cured with conventional QTH lights.^{1,2,4-6}

Since the introduction of polymerization of composite resins through light, the quality of polymerization has been of great interest researchers. Therefore, new technologies have been developed to provide adequate production density power required for efficient conversion of resin monomers polymer, resulting in improving their physical and chemical properties that can be analyzed and studied by various methods such as tests hardness and degree of conversion.⁷⁻

10

Degree of conversion (DC) is an important parameter in determining the final physical, mechanical and biological properties of photo-activated composite resins, since it has been demonstrated that composite properties tend to improve as the DC attained during photo-activation is increased.¹¹ The DC is determined by the proportion of the remaining concentration of the aliphatic C=C double bonds in a cured sample relative to the total number of C=C bonds in the uncured material. Fourier Transform Infra-red Spectroscopy (FT-IR) is one of the most widely used techniques for measurement of DC in dental composites.¹²

Several factors can influence the DC such as light source used, power density, wavelength, irradiation time, light-tip size, photo-activation method, distribution, quantity of inorganic fillers, the type and quantity of the photoinitiator, and color also strongly affect the DC of the composite resins.¹³

The property of hardness is one of the most important to compare the restorative materials, and is defined as resistance to indenter penetration or standing on the surface. It is a mechanical property that should always be taken into account, especially when we are faced with large areas of effort masticatory. Hardness evaluation is a widely used test to examine composite curing and, as a consequence, the efficiency of the light source.¹⁴

Technologies have been developed that enable production of the appropriate amount of light required for the efficient conversion of composite resins.¹⁰ Light-curing units of the pistol type are the more used now and, in these models, the conductive system of the light is based on a rigid probe that it contains the fiber optic involved by a glass material covered for glass amber or metal.¹⁵

The type of material of the light guide tips can hinder the light passage in her itinerary, increasing her dispersion. A wide variety of commercially light guide tips with variation of the material that it covers them, diameters, and forms, with the objective of facilitating the access to the different areas or cavities have been development. However, these differences can interfere in the power density values what would have direct repercussion in the polymerization process of the composite resins.³

So that way, it should be considered the possibility of the material that it covers the light guide tips of the light-curing units promote the light dispersion in

the itinerary of the light to the material, in spite of the works that approach this subject they be scarce in the literature. In this way, this study evaluated the influence of the light guide tips used in the photo-activation by means of degree of conversion and Vickers hardness of dental composites.

MATERIAL AND METHODS

One blue LED LCU (Ultrablue IS, DMC, São Carlos, SP, Brazil, serial number: 002041) with two different light guide tips, fiber optic and polymer, was used in this study. Prior to the curing procedures, the output power of the LCUs was measured with a calibrated power meter (Fieldmaster Power Meter, Coherent-model n° FM, set n° WX65, part n° 33-0506, USA) and the diameter of the light guide tip with a digital caliper (Mitutoyo, Tokyo, Japan). Power density (mW/cm^2) was computed as the ratio of the output power and the area of the tip with the following formula: $I = P/A$, where P is the power in milliwatts and A is the area of the light tip in squared centimeters.

The LED LCU coupled with the fiber optic light guide tip presented 653 mW/cm^2 and with the polymeric was of 596 mW/cm^2 . The characteristics of the light guide tips are shown in Table 1.

Experiments were performed two restorative systems: FiltekTM Z250 (3M ESPE Dental Products Division, St. Paul, MN 55144-1000, United States), a universal microhybrid, and FiltekTM Supreme XT (3M ESPE Dental Products Division, St. Paul, MN 55144-1000, United States), a nanofilled.

The samples preparation were made with a metallic mould with central orifice (4 mm in diameter and 2 mm in thickness) according to ISO 4049.¹⁶ The metallic mould was positioned in a 10 mm thick glass plate. The composite

resin was packed in a single increment and the top and base surfaces were covered by a mylar strip. A glass sheet 1 mm thick was positioned and a 1 kg weight was used to pack the composite resin. Photo-activation was performed by positioning the light guide tip in contact on the top surface of the composite resin samples. The samples were irradiated during 20 s. After photo-activation, the samples were removed from de mould and stored in an oven, in dark containers, at 37° C ($\pm 1^{\circ}\text{C}$) for 24 hours.

Degree of Conversion Measurements (% DC)

For degree of conversion, after 24 hs, the composite resin was pulverized into a fine powder. The pulverized composite resin was maintained in a dark room until the moment of the FT-IR analysis. Five milligrams (5 mg) of the ground powder were thoroughly mixed with 100 mg of the KBr (bromide potassium) powder salt. This mixture was placed into a pelleting device, and then pressed in a press with a load of 10 tons over 1 min to obtain a pellet.

To measure the degree of conversion, the pellet was then placed into a holder attachment into the spectrophotometer Nexus-470 FT-IR (Thermo Nicolet, EUA.) The Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR) spectra for 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 unreacted carbon–carbon Double bonds (% C=C) was determined from the ratio of the absorbance intensities of aliphatic C=C (peak at 1637 cm^{-1}) against an internal standard before and after the curing of the sample: aromatic C–C (peak at 1610 cm^{-1}).

This experiment was carried out in triplicate. The degree of conversion was determined by subtracting the % C=C from 100%, according to the formula:

$$DC(\%) = 1 - \frac{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}} \right)_{cured}}{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}} \right)_{uncured}} \times 100$$

The percentage of unreacted carbon-carbon double bonds (% C=C) was determined from the ratio of absorbance intensities of aliphatic C=C (peak at 1637 cm^{-1}) against.

Vickers Hardness Measurements

The Vickers hardness test was performed in a hardness testing machine, Micromet 2100 (Buehler Lake Bluff, Illinois USA) equipped with Vickers diamond (VHN), which has a pyramidal diamond microindentor of 136° where the two diagonals are measured using a load of 50 gf (gram force) during 30 s. Each surface of the sample was divided in 4 equal quadrants. On each surface, the top (turned to the light source) and bottom (opposite to the light source) surfaces took place as two impressions for each quadrant. The hardness mean values were calculated for each surface.

The data of degree of conversion and hardness were statistically analyzed by Analysis of Variance (ANOVA) using a confidence interval of 95% and *Tukey* test.

RESULTS

Degree of Conversion

Table 2 shows the degree of conversion (DC%) mean values promoted by different light guide tips and dental composites. The statistical test showed

that the degree of conversion was influenced by light guide tips ($p<0.001$), but differences no were observed for dental composites. According to the results presented, the fiber optic light tip presented higher values for DC% regardless of the type of dental composite that was used (Figure 1).

After 24 hours, using the irradiation time recommended by the manufacturers (20 seconds), % DC of FiltekTM Z-250 and FiltekTM Supreme XT, photo-activated with fiber optic light tip no were statistically different ($p=0.988$), similarly, when was used polymer light tip to photo-activate the different resins no were statistical significant differences ($p=1$).

Hardness

The Table 3 and 4 shows the VHN mean values (Kgf/mm²) for the top and bottom surfaces for each group measured. The statistical test showed that the hardness was influenced by light guide tips ($p<0.001$) and was also observed for dental composites ($p<0.001$).

The hardness values for the top varied from 67.72 (± 0.68) to 51.58 (± 1.39) for FiltekTM Supreme XT photo-activated for fiber optic light tip and polymer, respectively. For FiltekTM Z250, the hardness values for the top varied from 72.01 (± 0.71) to 61.72 (± 1.34) when fiber optic light tip and polymer were used.

As can be seen in Table 5, there was statistical significant differences a between top and bottom surfaces ($p<0.001$). The top surface showed the higher mean values than the bottom surface.

The hardness mean values of the samples photo-activated with fiber optic light tip showed the highest values when compared with the mean values for polymer. The differences were statistically significant ($p < 0.001$).

DISCUSSION

Light-cured resin composites have become increasingly popular since their introduction in the 1970s, allowing dental restorations to be more conservative and aesthetic.¹⁷

Curing lights are an integral part of the daily practice of restorative dentistry. Quartz tungsten-halogen (QTH), plasma-arc (PAC), argon laser, and light-emitting diode (LED) curing lights are currently commercially available.^{3,10} The QTH curing light has a long, established history as a workhorse for composite resin polymerization in dental practices. However, the principal output from these lamps is infrared energy, with the generation of high heat. Filters are used to reduce the emitted heat energy and provide further restriction of visible light to correlate better with the narrower absorbance spectrum of photo-initiators.^{3,18} The relatively inefficient emission typically requires corded handpieces with noisy fans. As for the polymerization of Arc Plasma and laser offers some advantages over quartz tungsten halogen bulbs, but have higher cost, since the devices are large and heavy, difficult and expensive maintenance, and high light intensity generates high voltage of contraction, that can be harmful to tooth restoration interface.^{3,4,7,18,19} LED curing lights have been introduced to the market with the promise of more efficient polymerization, consistent output over time without degradation, and less heat emission in a quiet, compact, portable device.^{5,18}

One of the most frequently used indirect methods for verifying the degree of resin composite polymerization is the microhardness test. However, the direct method of degree of conversion analysis by means of vibrational spectroscopy has also been used to verify the degree of resin composite polymerization.¹⁰

A lower degree of conversion could affect the longevity of the composite restoration, because an incomplete conversion may result in unreacted monomers, which might dissolve in a wet environment. In addition, reactive sites (double bonds) are susceptible to hydrolyzation or oxidation and, thereby, lead to a degradation of the material.^{3,20}

To date, the minimum DC for a clinically satisfactory restoration has not been precisely established. Nevertheless, a negative correlation of in vivo abrasive wear depth with DC has been found for values in the range of 55%-65%. This suggests that, at least for occlusal restorative layers, DC values below 55% may be contraindicated.³ According to some authors the dimethacrylate monomers used in restorative materials exhibit considerable residual unsaturation in the final material, with a degree of conversion (%) ranging from 55 to 75% under conventional irradiation conditions.²¹⁻²³

From our experiment, the DC mean values ranged from 67.99 % to 68.37 % for fiber optic light tip and 55.63% to 55.71% for polymer light tip, and according to the results presented on Table 2 there was statistical difference in DC (%) mean values between the light guide tips. This findings showing that the two light guide tips were able to light-cure composite resin FiltekTM Z250 as the composite FiltekTM Supreme XT with 2 mm thickness. However it can be observed that the degree of conversion of composites photo-activated with the fiber optic tip was statistically higher than those observed with polymer light

guide tip. Probably due to the possibility of the material present in the tip, when the polymer, promoting the dispersion of light in its final itinerary decreasing the power density.

In a previous study, Soares and others³ reported that type of light guide tip material did not present a significant statistical difference on the final DC of dental composite. In agreement with previous observation, the results obtained for Galvão and others²⁴ observed no were statistically different to the degree of conversion of dental composites photo-activated with the different light guide tips. This result can be explained by low power density offered by the light curing units, which was around 130/140 mW/cm² in the study by Soares and others.³ But also low quality of the metal light guide tip used in the study by Galvão and others.²⁴

Factors such as light source, irradiation times, power density, correct wavelength of the light source, light-tip size, distribution, light guide tip and material's composition can influence the degree of conversion (%) and, then, the final characteristics of the dental composite resin.⁹ All these factors strongly influence the degree of conversion (%), which is a number of ethylene double carbon bonds that are converted into single bonds of the composite resin obtaining optimal chemical-physical and clinical performance. Therefore, it plays an important role in determining the ultimate success of the restoration.^{25,26}

Hardness evaluation is a widely used test to examine composite curing and, as a consequence, the efficiency of the light source.¹⁴ It is applies especially to restorative materials that are used where high biting forces and stresses can exacerbate inherent material defects, resulting in inadequate fracture resistance of the materials.²⁷

According to some authors,²⁸ there is still no consensus for the Vickers hardness be considered optimal. Some authors believe that in composite resins must have hardness values exceeding 50 (VHN) to be considered ideal.²⁹ In this investigation, the dental composites photo-activated with the fiber optic light tip showed hardness mean values at the top surface of 67.72 (Supreme XT) and 72.01 (Z250); the dental composites photo-activated with the polymer light tip showed mean values of 51.58 (Supreme XT) and 61.72 (Z250). At the bottom surface, the hardness mean values were 52.04 (Supreme XT) and 61.77 (Z250) to fiber optic light tip; and 42.51(Supreme XT) and 56.03 (Z250) to polymer light tip. The only group that did not reach the 50 VHN proposed by some authors was the bottom of the composite resins nanofilled photo-activated with polymer tip.

Johnston and others³⁰ believes that the curing efficiency could be measured by the ratio between bottom and top surface hardness (B/T), which should not be 90%, however according to some authors^{18,31}, the bottom surface of the samples must be at least 80% of the surface hardness of the top, which is consistent with our findings which showed a ratio of 82.75%, 85.75%, 82.41% and 84.3% between the top and bottom surfaces of the samples cured with fiber optic and polymer light tips as shown in Table 5.

As it is shown in Table 3 and 4 there was statistical significant differences among the light guide tips ($p<0.001$) and dental composites ($p<0.001$). Statistical differences were also found when comparing the top and bottom, both for the light guide tips and for the dental composites. On the top surface, the light intensity is usually sufficient for adequate polymerization. The composite resin on the bottom surface disperses the light of the light curing unit.

As a result, when the light passes through the bulk of the composite, its power density is greatly reduced due to the scattering of light by filler particles and the resin matrix.^{19,20,32} The results showed statistical significant differences among the dental composites, demonstrating that the type of resin used can also influence the hardness of a material. In this study a dental composite microhybrid showed higher hardness values than the nanofilled in the top and the bottom. Already the dental composite nanofilled presented smaller hardness values both in the top and bottom.

According to Wu and others³³ the nanofilled composite resins were introduced as function of the nanotechnology that is used to describe research or products where critical component dimensions are in the range of 0.1 to 100 nanometers (nanometric scale), through several physical and chemical methods. The goal was to use nanotechnology to create a composite that offers the polish retention of a microfilled with the strength of a hybrid composite.^{34,35} However in our study was observed that the nanofilled composite presented hardness values lower than those of microhybrid the in the top, and in the bottom especially photo-activated with the polymer light guide tip.

In our study, we observed that there were difference in the degree of conversion and hardness of composite resins photo-activated with fiber optic and polymer light tips, showing that the materials used of the light guide tips may have direct impact on the power density, which would have great influence on the physical, mechanical and biological properties of composite resins.

CONCLUSIONS

The results obtained for this study indicate that the light guide tip used in the photo-activation (fiber optic and polymer) promoted differences in the degree and conversion, regardless of the type of dental composite that was used. The fiber optic light guide tip provided the higher degree of conversion. However, the hardness was influenced by light guide tip, but also by the type of dental composite that was used. The dental composite microhybrid photo-activated by fiber optic light guide tip provided the highest values for hardness, either the top and bottom.

Acknowledgments

We would like to thank 3M/ESPE Brazil and DMC Equipment São Carlos/SP–Brazil for providing the composite resin and the light-curing unit used in this study (Ultrablue IS), respectively. The authors would like thank the Physics Institute of São Carlos, University of São Paulo São Carlos, SP, Brazil and Department of Dental Materials, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State SP, Brazil by the use of hardness testing machine. This study was supported by CAPES Brazil.

References

1. Felix CA & Price RB (2003) The effect of distance from light source on light intensity from curing lights *The Journal of Adhesive Dentistry* 5(4) 283-291.

2. Calixto LR, Lima DM, Queiroz RS, Rastelli ANS, Bagnato VS & Andrade MF (2008) Curing depth of composite resin light cured by LED and halogen light-curing units *Laser Physics* **18(11)** 1365-1369.
3. Soares LE, Liporoni PC & Martin AA (2007) The effect of soft-start polymerization by second generation LEDs on the degree of conversion of resin composite *Operative Dentistry* **32(2)** 160-165.
4. Nitta K (2005) Effect of light guide tip diameter of LED-light curing unit on polymerization of light-cured composites *Dental Materials* **21(3)** 217-223.
5. Corciolani G, Vichi A, Davidson CL & Ferrari M (2008) The influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy *Operative Dentistry* **33(3)** 325-331.
6. Stahl F, Ashworth SH, Jandt KD & Mills RW (2000) Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential *Biomaterials* **21(13)** 1379-1385.
7. Roberts HW, Vandewalle KS, Berzins DW & Charlton DG (2006) Accuracy of LED and halogen radiometers using different light sources *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* **18(4)** 214-222; discussion 223-214.
8. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB & Ashworth SH (2000) Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs) *Dental Materials* **16(1)** 41-47.
9. Rastelli ANS, Jacomassi DP & Bagnato VS (2008) Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light-cured with argon laser and blue LED *Laser Physics* **18(12)** 1570-1575.

10. Rode KM, Kawano Y & Turbino ML (2007) Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization *Operative Dentistry* **32(6)** 571-578.
11. Lovell LG, Lu H, Elliott JE, Stansbury JW & Bowman CN (2001) The effect of cure rate on the mechanical properties of dental resins *Dental Materials* **17(6)** 504-511.
12. Moraes LG, Rocha RS, Menegazzo LM, de Araujo EB, Yukimoto K & Moraes JC (2008) Infrared spectroscopy: a tool for determination of the degree of conversion in dental composites *Journal of Applied Oral Science* **16(2)** 145-149.
13. Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL & Sakaguchi RL (2004) Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations *Dental Materials* **20(1)** 96-106.
14. Kurachi C, Tuboy AM, Magalhaes DV & Bagnato VS (2001) Hardness evaluation of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices *Dental Materials* **17(4)** 309-315.
15. Burgess JO, Walker RS, Porche CJ & Rappold AJ (2002) Light curing--an update *Compendium of Continuing Education in Dentistry* **23(10)** 889-892.
16. International Standard Organization-British Standard (2000) Dentistry-Polymer-based filling, restorative and luting materials BS EN International Standard Organization 4049:2000. Dentistry-Polymer-based filling, restorative and luting materials. 2000, Geneva, Switzerland

17. Lindberg A, Peutzfeldt A & van Dijken JW (2005) Effect of power density of curing unit, exposure duration, and light guide distance on composite depth of cure *Clinical Oral Investigation* **9(2)** 71-76.
18. Polydorou O, Manolakis A, Hellwig E & Hahn P (2008) Evaluation of the curing depth of two translucent composite materials using a halogen and two LED curing units *Clinical Oral Investigation* **12(1)** 45-51.
19. Yoon TH, Lee YK, Lim BS & CW K (2002) Degree of polymerization of resin composites by different light sources *Journal of Oral Rehabilitation* **29(12)** 1165-1173.
20. Yap AU, Wong NY & Siow KS (2003) Composite cure and shrinkage associated with high intensity curing light *Operative Dentistry* **28(4)** 357-364.
21. Ferracane JL & Greener EH (1986) The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins *Journal of Biomedical Materials Research* **20(1)** 121-131.
22. Ruyter IE & Oysaed I (1988) Analysis and characterization of dental polymers *Biocompatibility of Dental Materials* **4** 247-249.
23. Silikas N, Eliades G & Watts DC (2000) Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain *Dental Materials* **16(4)** 292-296.
24. Galvão MR, Costa SXS, Victorino KR, Ribeiro AA, Menezes FCH, Rastelli ANS, Bagnato VS & Andrade MF (2010) Influence of light guide tip used in the photo-activation on degree of conversion and hardness of one nanofilled dental composite *Laser Physics* "in press".

25. Ferracane JL (1985) Correlation between hardness and degree of conversion during setting reaction of unfilled dental restorative resins *Dental Materials* **1(1)** 11-14.
26. Witzel MF, Calheiros FC, Goncalves F, Kawano Y & Braga RR (2005) Influence of photoactivation method on conversion, mechanical properties, degradation in ethanol and contraction stress of resin-based materials *Journal of Dentistry* **33(9)** 773-779.
27. Sobrinho LC, Goes MF, Consani S, Sinhoreti MA & Knowles JC (2000) Correlation between light intensity and exposure time on the hardness of composite resin *Journal of Materials Science: Materials in Medicine* **11(6)** 361-364.
28. Craig RG & Powers JM (2002) *Restorative Dental Materials* 11th ed. Mosby, St. Louis.
29. Sharkey S, Ray N, Burke F, Ziada H & Hannigan A (2001) Surface hardness of light-activated resin composites cured by two different visible-light sources: an in vitro study *Quintessence International* **32(5)** 401-405.
30. Johnston WM, Leung RL & Fan PL (1985) A mathematical model for post-irradiation hardening of photoactivated composite resins *Dental Materials* **1(5)** 191-194.
31. Watts DC, Amer O & Combe EC (1984) Characteristics of visible-light-activated composite systems *British Dental Journal* **156(6)** 209-215.
32. Sobrinho LC, de Lima AA, Consani S, Sinhoreti MA & Knowles JC (2000) Influence of curing tip distance on composite Knoop hardness values *Brazilian Dental Journal* **11(1)** 11-17.

33. Wu D, Holmes BN, Mitra SB, Kolb BU, Thompson W & Johnson NJ (2002) Wear resistance and mechanical properties of novel dental nanocomposites *Journal Dental Research* **81 (Special Issue A)** Abstract 64 p A-37.
34. Debastiani FS & Lopes GC (2005) Direct posterior composite resins restoration *International Journal Brazilian of Dentistry* **1(1)** 31-39.
35. Mitra SB, Wu D & Holmes BN (2003) An application of nanotechnology in advanced dental materials The *Journal of the American Dental Association* **134(10)** 1382-1390.

Table 1. Characteristics of the light guide tip used in the study

Light-Curing Unit	Light Guide Tip	Diameter entry	Diameter exit	Geometry
Ultrablue IS	Fiber Optic	11mm	8mm	Turbo
	Polymer	10mm	8mm	Turbo

Table 2. Mean, standard deviation (\pm sd) and p value for degree of conversion

Light Guide Tip	Dental Composite	Mean	SD	*	p value
Fiber Optic	Filtek™ Supreme XT	67.99	1.00	a	0.988
	Filtek™ Z250	68.37	1.02	a	
Polymer	Filtek™ Supreme XT	55.63	2.27	b	1.00
	Filtek™ Z250	55.71	2.54	b	

* Different letters denote significant difference ($p<0.001$).

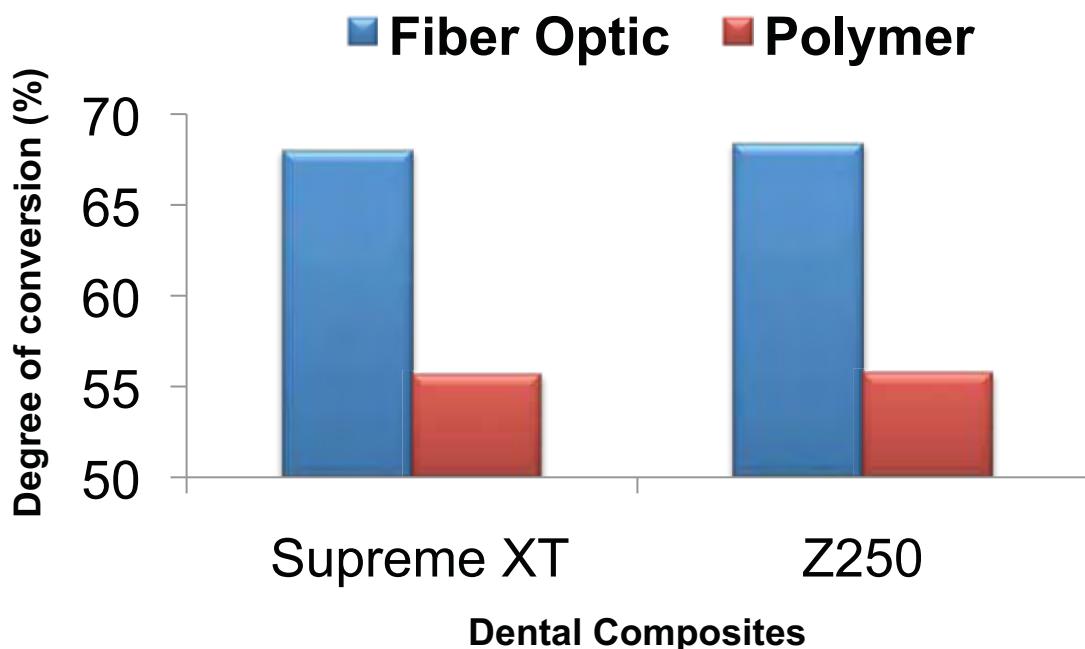


Figure 1- Mean values of the degree of conversion depending on the light guide tip and dental composites.

Table 3. Hardness mean values, standard deviation (\pm sd) and p value for the top surfaces of the dental composite resin photo-activated with different light guides tips

Light Guide Tip	Dental Composite	Top Surface	SD	*	p value
Fiber Optic	Filtek™ Supreme XT	67.72	0.68	a	<0.001
	Filtek™ Z250	72.01	0.71	b	
Polymer	Filtek™ Supreme XT	51.58	1.39	c	<0.001
	Filtek™ Z250	61.72	1.34	d	

* Different letters denote significant difference ($p<0.001$).

Table 4. Hardness mean values, standard deviation (\pm sd) and p value for the bottom surfaces of the dental composite resin photo-activated with different light guides tips

Light Guide Tip	Dental Composite	Bottom Surface	SD	*	p value
Fiber Optic	Filtek™ Supreme XT	52.04	1.59	a	<0.001
	Filtek™ Z250	61.77	0.40	b	
Polymer	Filtek™ Supreme XT	42.51	1.12	c	<0.001
	Filtek™ Z250	56.03	1.81	d	

* Different letters denote significant difference ($p<0.001$).

Table 5. Hardness mean values for the top and bottom surfaces and corresponding B/T ratio of the dental composite resin photo-activated with different light guides tips

Light Guide Tip	Dental Composite	Top Surface	Bottom Surface	B/T%
Fiber Optic	Filtek™ Supreme XT	67.72	52.04	82.75
	Filtek™ Z250	72.01	61.77	85.75
Polymer	Filtek™ Supreme XT	51.58	42.51	82.41
	Filtek™ Z250	61.72	56.03	84.3



ARTIGO 2

Compressive Strength of Dental Composites Photo-activated with Different Light Guide Tips

Marília R. Galvão ^a, Sergei G. F. R. Caldas ^a, Alessandra N. S. Rastelli ^{b,c},
Edson A. Campos ^b, Marcelo F. de Andrade ^b

^a MS student, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State-UNESP, Araraquara, SP, Brazil

^bProfessor, Department of Restorative Dentistry , Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State-UNESP, Araraquara, SP, Brazil

^cProfessor, University of São Paulo, Physics Institute of São Carlos, São Carlos, SP, Brazil

*Corresponding author: Prof. Dr. Edson Alves de Campos, University of São Paulo State – UNESP, Araraquara School of Dentistry, Department of Restorative Dentistry, Araraquara, SP, Brazil. Humaitá St. 1680, Araraquara,SP, Brazil. ZipCode: 14.801-903. Telephone: +55 (016) 3301-6393 Fax: +55 (016) 3301-6395.

e-mail address: edson.campos@foar.unesp.br

ABSTRACT

Objective: The aim of this study was to evaluate the compressive strength of microhybrid Filtek™ Z250 and nanofilled Filtek™ Supreme XT composite resins photo-activated with two different light guide tips, fiber optic and polymer, coupled with one blue Light Emitting Diodes (LED) - unit.

Methods: Using the fiber optic light tip, the power density was 653 mW/cm² and the polymer was 596 mW/cm². Eight samples (4 mm in diameter and 8 mm in thickness) were made for each group evaluated. After storage in distilled water at 37 ± 1°C for 48 hours, the samples were submitted to mechanical testing of compressive strength in the universal mechanical testing machine EMIC DL 2000 with a load cell of 5 KN and speed of 0.5 mm/min. The statistical analysis was performed using Analysis of Variance with a confidence interval of 95% and *Tamhane's* test.

Results: The results showed that the mean values of compressive strength were not influenced by the different light guide tips ($p>0.05$). However statistical difference was observed ($p<0.001$) between the mycrohbrid composite resin photo-activated with the fiber optic light tip and the nanofilled resin composite.

Conclusions: Based on these results, it can be concluded that microhybrid composite resin photo-activated with the fiber optic light tip showed better results than the nanofilled resin composite, independent of the tip used, and the type light tip (fiber optic and polymer) did not influence the compressive strength of both the composites.

Keywords: composite resins, compressive strength, physical properties, light curing units.

1. Introduction

The dental composite had its development with Bowen, in the 1960s. After that, this material has suffered various transformations, with the aim of improving their physical and mechanical properties, making it increasingly acceptable for dental restorations in the posterior teeth.^{1, 2}

The photo-activation systems previously used were based on ultraviolet light sources. These systems were replaced by the quartz- halogen tungsten (QTH) as an improvement over ultraviolet lights because the harmful effect to the human eyes and limitations of curing depth.³ QTH lamps are composed of a quartz tungsten thread found in the bulb, involved by inert gas, filter, refrigerating system and optic fibers for light conduction. However, production of heat is one of its biggest disadvantages. Another inconvenience is that the lamp, reflector and filter can degrade over time due to high operating temperatures caused by the large amount of heat produced during cycles of operation. This effect leads to decreased effectiveness of polymerization, promoting inadequate physical properties and increased risk of premature failure of restorations.⁴⁻⁸

More recently, to overcome the problems inherent to halogen light, the light emitting diodes (LEDs) have been used for curing resinous materials. LED units have some advantages over QTH lamps as the potential lifetime of over 10.000 hours without a significant degradation in light output after this period, no need of cooling system or filters, no noise production during function, operation with batteries and direct conversion of electrical energy into light with little amount of wasted energy and minimum heat generation.⁸⁻¹²

Since the introduction of light activation of composites, the quality of polymerization has been of great interest for the researchers. Therefore, new technologies have been developed to provide adequate production of power density required for efficient conversion of resin monomers in polymers, resulting in improved physical and chemical properties which can be analyzed and studied by several methods, such as hardness testing, analysis of the degree of conversion and compression strength.¹³⁻¹⁷

The compressive strength indicates the ability demonstrated by a material to withstand vertical stress. It is known that during the act of chewing forces that are transmitted to these restorations can break them or they promote tooth fracture.¹⁷

Some factors can influence the polymerization of dental composite resins as the different light-curing sources, power density, wavelength and irradiation times.¹⁸ Another factor affecting the polymerization reaction is the light guide tip used for light transmission.

Now, a wide variety of commercially available light guide tips claim to fit different operative procedures related to various clinical situations. Another problem that should be pointed out is that the light guide tips which are available for LED LCU (Light Curing Unit), have a variety of diameters and are made for different materials. The system light conductor of such devices is based on a rigid tube that contains optical fibers with a vitreous involvement, usually covered with amber glass, metal, fiber optics or polymer. This coating is important to prevent the passage of light, especially on the lateral surface of the tip and decreasing the scattering of light. Some studies have shown that the polymer tip scatters the guided light, thus reducing the power density at the end

of the tip what would have direct repercussion in the polymerization process of the composite resins.⁶

So, it is believed that the material covering the tips of the LCU can influence the values of final power density due to light scattering during its itinerary. In this way, this study evaluated the influence of the light guide tips used in the photo-activation on the compressive strength of dental composites.

2. Material and methods

In this experiment were used two different composites: the universal microhybrid FiltekTM Z250 (3M ESPE Dental Products Division, St. Paul, MN 55144-1000, United States), and the nanofilled FiltekTM Supreme XT (3M ESPE Dental Products Division, St. Paul, MN 55144-1000, United States). The main characteristics of materials are shown in Table 1.

One blue LED LCU (Ultrablue IS, DMC, São Carlos, SP, Brazil, serial number: 002041) with two different light guide tips (fiber optic and polymer) was used in this study. The power output was measured using a Fieldmaster powermeter (Fieldmaster Power to Put, Coherent-model n° FM, set n° WX65, part n° 33-0506, USA). The values of power density (mW/cm^2) were computed as the ratio of the output power and the area of the tip with the following formula:

$$I = P/A$$

Where P is the power in milliwatts and A is the area of the light tip in squared centimeters. The LED LCU coupled with the metal light guide tip

presented 653 mW/cm² and with the polymeric was of 596 mW/cm². The characteristics of the light guide tips are shown in Table 2.

Cylindrical samples, 4.0 mm in diameter and 8.0 mm in thickness, were prepared by composite insertion into a stainless steel split mold (n=32). The samples were photo-activated for 20 s of irradiation times (manufacturer's instructions), according to the group assessed (Table 3). The photo-activation was made out in every increment of 2 mm. The samples were removed from the split mold and were photo-activated again for more 20 seconds on the bottom and on the four lateral surface of the sample. The samples were then stored in distilled water at 37 ± 1°C for 48 hours.¹⁷

Following storage time, the compression strength test was performed one mechanical test machine EMIC (EMIC, São Jose dos Pinhais, Brazil), model DL2000 was used, using load cell of 5 KN and programmed speed of 0.5 mm/minute. Data registration and processing for compressive strength values in MPa were performed by the computer program Tesc.

The data were statistically analyzed by Analysis of Variance (ANOVA) using a confidence interval of 95% and *Tamhane's* test.

3. Results

Table 4 shows the mean values of compressive strength promoted by different light guide tips and dental composites. The statistical test showed that the compressive strength was not influenced by light guide tips ($p>0.05$), however some differences were observed for dental composites.

By observing the results of the nanofilled composite resin (Filtek Supreme XT) photo-activated with different tips, it was found that there was no

statistically significant difference, which can be observed in Table 4. The same can be observed for microhybrid composite resin (Filtek Z250), which was not influenced by the different tips.

The *Tamhane's* test indicates that significant differences were found between the mycrohibrid composite resin photo-activated with fiber optic light guide and the nanofilled composite resins photo-activated with both the light guide tips. In absolute values, the FiltekTM Supreme XT showed the lowest values for compressive strength, regardless of the light guide tip used. However, was statistically equal the FiltekTM Z250 photo-activated polymer light tip (Figure 1).

4. Discussion

The purpose of this study was to evaluate whether the type of material used in the light guide tip might have an influence on the resulting compressive strength of resin composites. For this purpose, were used two light guide tip (fiber optic and polymer) coupled to one LED LCU, and two composites (microhybrid and nanofilled).

Adequate polymerization is a crucial factor to obtain optimal physical properties and clinical performance of composite resins. Inadequate polymerization has been associated with low physical properties, high solubility, low retention, adverse pulpal responses and low biocompatibility, which may affect the clinical performance of restorative procedures.¹⁵

In order to compare the ability of different light guide tips coupled in LED to cure dental composite material, suitable tests had to be chosen. Although many methods for testing the physical properties of dental composites are

known, most are orientated towards comparing the properties of the different materials rather than the curing LCUs. Compressive strength tests have previously been used to compare different LCUs, and specifically in the present study comparing different light guide tips.^{19, 20}

Compressive strength has a particularly important role in the mastication process since several of the masticatory forces are of compressive nature. The maximum resistance to compression is calculated by the original cross-sectional area of the test sample and the maximum force applied. The compression forces applied on each side of the test samples are dissipated into shear forces along the cuneiform area on each side. As a result of the action of the two cones on the cylinder, traction forces arise in the central portion of the mass. Due to this tensile dissipation in the sample, a matrix that reproduced a cylinder that was twice as long as the diameter (4.0 mm diameter and 8.0 mm length) had to be used to have satisfactory results.²¹

A clinically relevant compressive strength value may be based on the compressive strength values of natural mineralised tissues. The compressive strength of enamel has been measured to be 384 MPa.²² The fracture strength of natural molars however is around 305 MPa,²² while other teeth have generally lower fracture strengths. The latter value may offer a rough mechanical standard to select the optimal strength for composite resins used in posterior teeth.

In this study, photo-activation using with fiber optic light guide tip presented a compressive strength of 299.37 MPa for FiltekTM Supreme XT (nanofilled) and 350.48 MPa for FiltekTM Z250 (microhybrid). However, when polymer light guide tip was used the compressive strength was 291.96 MPa

(FiltekTM Supreme XT) and 322.31 MPa (FiltekTM Z250). Thus, according to these results, it seems that the microhybrid dental showed better compressive strength outcomes than nanofilled, mainly when the fiber optic was used.

Simply considering each material, no statistically significant differences in compressive strength were found between groups light-cured with fiber optic or polymer light guide tip, although there was a tendency to higher compressive strength values for the fiber optic light guide tip. This can be explained by the dispersion of light in the itinerary of the tip, which have direct impact on the final power density, and then on mechanical properties.

The power density from the LCU, also referred to as light intensity, is the number of photons per second (Watts [W]) emitted by the light source per unit area (W/cm^2). It has been reported that a minimum power density of 300 to 400 mW/cm^2 is required to adequately cure one increment of 1.5 to 2 mm of composite resin at the manufacturers' recommended curing time.^{23, 24} In a LCU more intense, more photons will be available for absorption by the photosensitizers. With more photons, more camphoroquinone molecules are raised to the excited state, react with the amine and form free radicals for polymerization.²⁵ This is in agreement with our study because using the fiber optic tip, the power density was 653 and the polymer was 596 mW/cm^2 , respectively, and as final result the compressive strength of composite resins photo-activated with the fiber optic light tip was greater than the polymer.²⁶

In the present study, the dental composites (microhybrid and nanofilled) provided an important role on polymerization. The microhybrid composite resin presented higher absolutes values of compressive strength than the nanofilled (Table 4). The literature has shown that chemical composition can influence

mechanical properties.²⁷⁻³⁰ According with Yearn²⁴ and Swartz et al.,³¹ factors related to composites include shade, translucency, and filler particle size, load and distribution. Mitra et al.,² believe that the Filtek™ Supreme XT is a composite of nanoparticles that has better light transmission, excellent polish and polish retention similar to microparticulate and presents physical and mechanical properties equivalent to microhybrid resin.

According to Bowen^{32, 33} the resin matrix composites are an important group of materials in restorative dentistry. Their development and formulation is based on the fact that the addition of inert fillers to acrylic and dimethacrylate resins can significantly improve certain properties. The effect of filler depends on the type, shape, size and amount used and on the existence of efficient coupling between filler and matrix resin³⁴. Many properties are improved as the filler content is increased, compressive strength, for example.

Another interesting observation is that the variability of the compressive strength of composite resins photo-activated with the polymer tip was greater than with the fiber optic, as shown by the standard deviation ($\pm SD$). This can be considered an important characteristic of the tip, as it showed to be less predictable than the fiber optic tip, which probably resulted in lower values of compressive strength.

4. Conclusions

The results obtained for this study indicate that the light guide tips did not influence the compressive strength of the dental composites. The microhybrid Filtek™ Z250 composite resin photo-activated with fiber optic tip showed better results than the nanofilled composite resin, independent of the tip used.

Based on the results of this study it may be concluded that the fiber optic tip associated to microhybrid composite resin has higher mean values of compressive strength, may be an option to be used in areas subjected to greater stresses occlusal.

Acknowledgments

This study was supported by CAPES Brazil. The composite resin used in this study was provided by 3M Espe Brazil and LED LCU by DMC, São Carlos, SP, Brazil. The authors would like thank the Physics Institute of São Carlos, University of São Paulo São Carlos, SP, Brazil, Department of Dental Materials and Laboratory of Mechanics Faculty of Dentistry of Araraquara Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho"- UNESP, Araraquara School of Dentistry, University of São Paulo State SP, Brazil by the use of mechanical test machine EMIC.

REFERENCES

1. St-Georges AJ, Swift EJ, Thompson JY, Heymann HO. Irradiance effects on the mechanical properties of universal hybrid and flowable hybrid resin composites. *Dental Materials* 2003; **19**:406-413.
2. Mitra SB, Wu D, Holmes BN. An application of nanotechnology in advanced dental materials. *The Journal of the American Dental Association* 2003; **134**:1382-1390.

3. Saade EG, Bandéca MC, Rastelli ANS, Bagnato VS, Porto-Neto ST. Influence of pre-heat treatment and different light-curing units on vickers hardness of a microhybrid composite resin. *Laser Physics* 2009;19:1276-1281.
4. 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 Investigation* 2008; 12: 45-51.
5. Roberts HW, Vandewalle KS, Berzins DW, Charlton DG. Accuracy of LED and halogen radiometers using different light sources. *Journal of Esthetic and Restorative Dentistry* 2006; 18:214-222.
6. Soares LE, Liporoni PC, Martin AA. The effect of soft-start polymerization by second generation LEDs on the degree of conversion of resin composite. *Operative Dentistry* 2007;32:160-165.
7. Yoon TH, Lee YK, Lim BS, Kim CW. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *Journal of Oral Rehabilitation* 2002;29:1165-1173.
8. Brandao L, Adabo GL, Vaz LG, Saad JR. Compressive strength and compressive fatigue limit of conventional and high viscosity posterior resin composites. *Brazilian Oral Research* 2005;19:272-277.
9. Rebelato C. (2007) Fotoativação e Unidades Fotoativadoras In: Santos (ed) Materiais Dentários Restauradores Diretos: Dos Fundamentos à aplicação Clínica São Paulo 275-320.
10. 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.

11. Corciolani G, Vichi A, Davidson CL, Ferrari M. The influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy. *Operative Dentistry* 2008;33:325-331.
12. Stahl F, Ashworth SH, Jandt KD, Mills RW. Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential. *Biomaterials* 2000;21:1379-1385.
13. Aravamudhan K, Floyd CJ, Rakowski D, Flaim G, Dickens SH, Eichmiller FC, Fan PL. Light-emitting diode curing light irradiance and polymerization of resin-based composite. *The Journal of the American Dental Association* 2006;137:213-223.
14. Jandt KD, Mills RW, Blackwell GB, Ashworth SH. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LEDs). *Dental Materials* 2000;16:41-47.
15. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light-cured with argon laser and blue LED. *Laser Physics* 2008;18:1570-1575.
16. Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Operative Dentistry* 2007;32:571-578.
17. Maciel D, Dias AL, Moysés MR, JCR R, Dias SC, Reis AC. The influence of the composite resins expiration time on its compression resistance. *Arquivos em Odontologia* 2005;41:235-241.
18. Bhamra GS, Fleming GJ. Effects of halogen light irradiation variables (tip diameter, irradiance, irradiation protocol) on flexural strength properties of resin-based composites *Journal of Dentistry* 2008;36:643-650.

19. Tanoue N, Matsumura H, Atsuta M. Properties of four composite veneering materials polymerized with different laboratory photo-curing units. *Journal of Oral Rehabilitation* 1998;25:358-364.
20. Cobb DS, Vargas MA, Rundle T. Physical properties of composites cured with conventional light or argon laser. *American Journal of Dentistry* 1996;9:199-202.
21. Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis Jr. JW. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Operative Dentistry* 1994;19:26-32.
22. Willems G, Lambrechts P, Braem M, Vanherle G. Composite resins in the 21st century *Quintessence International* 1993;24:641-658.
23. Ferracane JL, Mitchem JC, Condon JR, Todd R. Wear and marginal breakdown of composites with various degrees of cure. *Journal of Dental Research* 1997;76:1508-1516.
24. Yearn JA. Factors affecting cure of visible light activated composites. *International Dental Journal* 1985;35:218-225.
25. Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. *Dental Materials* 2004;20:96-106.
26. Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *The Journal of Adhesive Dentistry* 2003;5:283-291.
27. Koupis NS, Vercruyse CW, Marks LA, Martens LC, Verbeeck RM. Curing depth of (polyacid-modified) composite resins determined by scraping and a penetrometer. *Dental Materials* 2004;20:908-914.

28. Obici AC, Sinhoreti MA, de Goes MF, Consani S, Sobrinho LC. Effect of the photo-activation method on polymerization shrinkage of restorative composites. *Operative Dentistry* 2002;27:192-198.
29. Soh MS, Yap AU, Siow KS. The effectiveness of cure of LED and halogen curing lights at varying cavity depths. *Operative Dentistry* 2003;28:707-715.
30. Tolosa MC, Paulillo LA, Giannini M, Santos AJ, Dias CT. Influence of composite restorative materials and light-curing units on diametrical tensile strength. *Brazilian Oral Research* 2005;19:123-126.
31. Swartz ML, Phillips RW, Rhodes B. Visible light-activated resins--depth of cure. *The Journal of the American Dental Association* 1983;106:634-637.
32. Bowen RL. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. *The Journal of the American Dental Association* 1963;66:57-64.
33. Bowen RL. Effect of Particle Shape and Size Distribution in a Reinforced Polymer. *The Journal of the American Dental Association* 1964;69:481-495.
34. Schulze KA, Zaman, Soderholm KJ. Effect of filler fraction on strength, viscosity and porosity of experimental compomer materials. *Journal of Dentistry* 2003;31:373-382.

Table 1. Characteristics of composite resins used in the study (manufacturers' data)

Material	Manufacturer	Shade	Material Type	Matrix	Filler size	Filler Volume	Lote
Filtek™ Supreme XT	3M/Espe	A ₂	Nanofilled Composite	Bis-GMA and TEGDMA and UDMA and Bis-EMA	Agglomerated/non-aggregated of 20 nm silica nanofiller bound ggloberatic silica nanocluster consisting of agglomerates of primary silica nanoparticles of 20 nm size fillers.	59,5%	8BK
Filtek™ Z250	3M/Espe	A ₂	Microhybrid Composite	Bis-GMA TEGDMA UDMA and Bis-EMA	Zirconia/silica (medium size of 0.6 μm)	60%	9KK

Table 2. Characteristics of the light guide tip used in the study

Light-Curing Unit	Light Guide Tip	Diameter entry	Diameter exit	Geometry
Ultrablue IS	Fiber Optic	11mm	8mm	Turbo
	Polymer	10mm	8mm	Turbo

Table 3: Division of the investigated groups

Group	LCU	Light Guide Tip	Composite resin
G1	Ultra Blue IS /DMC	Fiber Optic	Filtek™ Z250/3M ESPE
G2	Ultra Blue IS /DMC	Fiber Optic	Filtek™ Supreme XT/3M ESPE
G3	Ultra Blue IS /DMC	Polymer	Filtek™ Supreme XT/3M ESPE
G4	Ultra Blue IS /DMC	Polymer	Filtek™ Z250/3M ESPE

Table 4. Mean (MPa) and Standard Deviation (\pm SD) for compressive strength

Dental Composite	Light Guide Tip	Mean	SD	*
Filtek TM Supreme XT	Fiber Optic	299.37	11.99	a
	Polymer	291.96	34.35	a
Filtek TM Z250	Fiber Optic	350.48	7.58	b
	Polymer	322.31	37.90	ab

* Different letters denote significant difference ($p<0.05$).

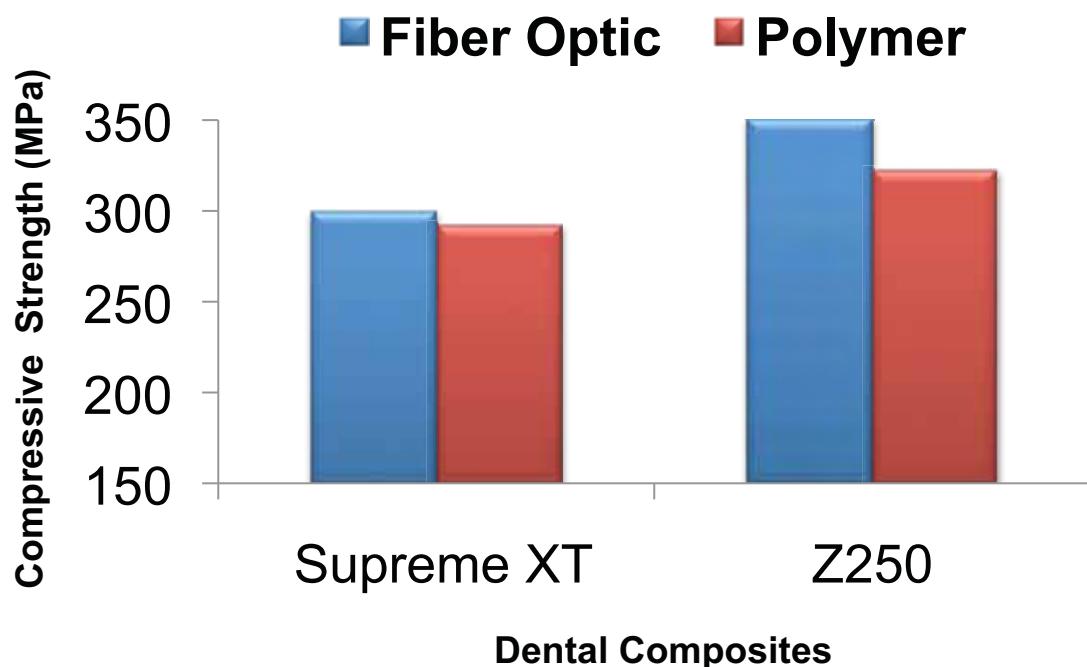


Figure 1- Mean values of compressive strength depending on the light guide tip and dental composites.



4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

4 CONSIDERAÇÕES FINAIS

Desde a década de 60 que as resinas compostas vêm passando por muitas alterações, desde a resina quimicamente ativada para resinas compostas ativadas por meio da luz, tentando desta maneira, promover uma melhora em suas propriedades físicas, químicas e biológicas^{6,35}.

Como se acredita que para melhorar as propriedades das resinas compostas polimerizadas por meio da luz, é necessária uma boa unidade de luz fotoativadora, novas fontes de luz vêm sendo testadas¹³.

Os diodos emissores de luz azul (LEDs) têm sido bastante utilizados e apresentado resultados satisfatórios, com uma excelente capacidade de polimerização de resinas composta²⁹. Muitos destes aparelhos apresentam ponteiras intercambiáveis, com diâmetros, formas, angulações e materiais que as reveste bastante diversificado. E essas diferenças podem influenciar a densidade de potência final, o que pode interferir diretamente nas propriedades das resinas compostas^{17,22}.

A avaliação da polimerização das resinas compostas pode ser feita por métodos diretos, como o grau de conversão, como também por métodos indiretos, exemplificados pelo teste de dureza e resistência à compressão^{1,12,19,23}.

Na avaliação do grau de conversão (GC) das diferentes resinas compostas, a ponteira de fibra óptica utilizada apresentou melhores resultados que a ponteira de polímero, mostrando que o material da ponteira promove uma dispersão da luz durante o seu trajeto, diminuindo os valores de densidade de potência final, acarretando uma menor conversão dos monômeros em polímeros.

Com relação à dureza Vickers (VHN) das amostras, pode-se observar que as diferentes ponteiras também influenciaram, mostrando maiores valores de dureza VHN as resinas compostas fotoativadas com a ponteira de fibra óptica, porém diferenças estatísticas também foram encontradas entre as diferentes resinas compostas. As resinas compostas microhíbridas apresentaram maior dureza que as nanoparticuladas, mostrando que a composição das resinas compostas, como matriz, tipo e tamanho das partículas de carga são fatores que também podem influenciar na dureza de uma resina composta.

Pode ser observada também uma diferença da dureza do topo para base tanto para as diferentes resinas compostas como para as ponteiras de fibra óptica e polímero. Todas as médias da dureza do topo foram superiores as da base, mostrando a dificuldade de penetração da luz no incremento de resinas compostas, principalmente aquelas fotoativadas com a ponteira de polímero.

A propriedade de resistência à compressão não foi influenciada pelas diferentes ponteiras, porém o tipo de resina composta influenciou. A resina composta microhíbrida fotoativada com a ponteira de fibra óptica promoveu maior valor de resistência à compressão comparada com as resinas nanoparticuladas, independente do tipo de ponteira que foi utilizada.

De acordo com os resultados obtidos nos dois estudos, pode-se verificar a importância de se utilizar uma ponteira de boa qualidade acoplada ao aparelho fotoativador, com um material que propicie a menor dispersão de luz possível durante sua trajetória. A quantidade de luz que chega ao

incremento de resina composta deve ser capaz de promover uma boa polimerização, conferindo-lhe boas propriedades físicas, químicas e biológicas.



5 REFERÊNCIAS

5 REFERÊNCIAS

1. Aravamudhan K, Floyd CJ, Rakowski D, Flaim G, Dickens SH, Eichmiller FC. Light-emitting diode curing light irradiance and polymerization of resin-based composite. *J Am Dent Assoc.* 2006;137:213-23.
2. Burgess JO, Walker RS, Porche CJ, Rappold AJ. Light curing--an update. *Compend Contin Educ Dent.* 2002;23:889-92, 94, 96 passim; quiz 908.
3. Chung KH. The relationship between composition and properties of posterior resin composites. *J Dent Res.* 1990;69:852-6.
4. Corciolani G, Vichi A, Davidson CL, Ferrari M. The influence of tip geometry and distance on light-curing efficacy. *Oper Dent.* 2008;33:325-31.
5. Craig RG, Powers JM. Restorative dental materials. St. Louis: Mosby; 2002.
6. Cunha LG, Alonso RC, Sobrinho LC, Sinhoreti MA. Effect of resin liners and photoactivation methods on the shrinkage stress of a resin composite. *J Esthet Restor Dent.* 2006;18:29-36; discussion 36-27.
7. Dlugokinski MD, Caughman WF, Rueggeberg FA. Assessing the effect of extraneous light on photoactivated resin composites. *J Am Dent Assoc.* 1998;129:1103-9.
8. Eliades G, Palaghias G, Vougiouklakis G. Effect of acidic conditioners on dentin morphology, molecular composition and collagen conformation in situ. *Dent Mater.* 1997;13:24-33.
9. Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *J Adhes Dent.* 2003;5:283-91.

10. 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.
11. Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent Mater.* 2002;18:463-9.
12. 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.
13. Kurachi C, Tuboy AM, Magalhaes DV, Bagnato VS. Hardness evaluation of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices. *Dent Mater.* 2001;17:309-15.
14. Maciel D, Dias AL, Moysés MR, Ribeiro JCR, Dias SR, dos Reis AC. The influence of the composite resins expiration time on its compression resistance. *Arq Odont* 2005;41:235-41.
15. Mills RW, Uhl A, Blackwell GB, Jandt KD. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. *Biomaterials.* 2002;23:2955-63.
16. Nadia MT, Yousra A, Sheikha HA, Maha A. The effect of different light-curing methods on temperature changes of dual polymerizing agents cemented to human dentin. *J Contemp Dent Pract.* 2008;9:1-9.
17. 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.

18. 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;12:45-51.
19. Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature rise of a composite resin light-cured with Argon LASER and blue LED. *Laser Phys.* 2008;18:1570-75.
20. 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.
21. Rebelatto C. Fotoativação e unidades fotoativadoras materiais dentários restauradores diretos: dos fundamentos à aplicação clínica. São Paulo: Santos; 2007. p. 275-320.
22. Roberts HW, Vandewalle KS, Berzins DW, Charlton DG. Accuracy of LED and halogen radiometers using different light sources. *J Esthet Restor Dent.* 2006;18:214-22; discussion 223-24.
23. Rode KM, Kawano Y, Turbino ML. Evaluation of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. *Oper Dent.* 2007;32:571-78.
24. Rodrigues Junior SA, Zanchi CH, Carvalho RV, Demarco FF. Flexural strength and modulus of elasticity of different types of resin-based composites. *Braz Oral Res.* 2007;21:16-21.
25. Rueggeberg FA, Ergle JW, Mettenburg DJ. Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness. *J Esthet Dent.* 2000;12:340-9.

26. Ruyter IE, Oysaed I. Analysis and characterization of dental polymers. CRC Rev Biocompatib. 1988;4:247.
27. 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.
28. Silikas N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. Dent Mater. 2000;16:292-6.
29. Soares LE, Liporoni PC, Martin AA. The effect of soft-start polymerization by second generation LEDs on the degree of conversion of resin composite. Oper Dent. 2007;32:160-5.
30. Sobrinho LC, de Lima AA, Consani S, Sinhoreti MA, Knowles JC. Influence of curing tip distance on composite Knoop hardness values. Braz Dent J. 2000;11:11-7.
31. 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.
32. Vandewalle KS, Ferracane JL, Hilton TJ, Erickson RL, Sakaguchi RL. Effect of energy density on properties and marginal integrity of posterior resin composite restorations. Dent Mater. 2004;20:96-106.
33. Vandewalle KS, Roberts HW, Rueggeberg FA. Power distribution across the face of different light guides and its effect on composite surface microhardness. J Esthet Restor Dent. 2008;20:108-17; discussion 118.
34. Vargas MA, Cobb DS, Schmit JL. Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light. Oper Dent. 1998;23:87-93.

35. Vieira GF, Freire IA, Agra CM, Gouveia JC, Matson E. Análise da irradiação de diversos aparelhos fotopolimerizadores. *Rev Odontol Univ São Paulo*. 1998;12:395-9.
36. Wang L, D'Alpino PHP, Lopes LG, Pereira JC. Mechanical properties of dental restorative materials: relative contribution of laboratory tests. *J Appl Oral Scien*. 2003;11:162-7.
37. 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.



6 APÊNDICE

MATERIAIS

Resinas compostas utilizadas

Tabela 1. Resinas compostas que foram utilizadas na pesquisa

Resina Composta	Categoria/Percentual de carga em volume	Composição*	Lote	Fabricante
Filtek™ Z-250	Microhíbrida/ 60%	<u>Matriz Orgânica:</u> Bis-GMA (bisfenol A-diglicidil éter dimetacrilato), TEGDMA (triétileno glicol dimetacrilato), UDMA (uretanos dimetacrilato), Bis-EMA (bisfenol A-polietileno glicol diéster dimetacrilato) e canforoquinona. <u>Carga inorgânica:</u> Zircônia/sílica (82% em peso e 60% em volume).	9KK	3M ESPE
Filtek™ Supreme XT	Nanoparticulada/ 59,5 %	<u>Matriz Orgânica:</u> Bis-GMA, UDMA, TEGDMA, Bis-EMA 6. <u>Carga inorgânica:</u> Zircônia/sílica (78,5 % em peso e 59,5 % em volume para as cores D, B, E; 72,5% em peso e 57,7% em volume para as cores translúcidas).	8BK	3M ESPE

* Informações fornecidas no perfil técnico do produto disponibilizado pelo fabricante.

Aparelho fotoativador utilizado

Tabela 2. Aparelho fotoativador utilizado na pesquisa

Nome comercial	Descrição	Fabricante	Ponteiras	Número de série
Ultra blue IS	Aparelho fotoativador à base de LED	DMC	Fibra Óptica Polímero	130 LF

Avaliação da densidade de potência

A densidade de potência do aparelho foi aferida pelo potenciômetro (Fieldmaster Power Meter, Coherent-model n° FM, set n° WX65, part n° 33-0506, USA) (Figura 1).



FIGURA 1. Potenciômetro (Fielmaster Power Meter).

O aparelho fotoativador foi posicionado em base metálica para estabilização e padronização da distância em relação ao potenciômetro. Dessa

forma, o aparelho foi acionado por tempo de vinte segundos e a potência (P) obtida em *miliwats* (mW).

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

$$I = P/A$$

Onde: I = Densidade de Potência;

P = Potência;

A = Área (πr^2)

π = 3,14;

r = raio.

DIVISÃO DOS GRUPOS

Tabela 3. Divisão dos Grupos que foram analisados neste trabalho

Grupo	Aparelho	Ponteiras	Resinas Compostas
G1	Ultra Blue IS	Fibra Óptica	Filtek™ Z250
G2	Ultra Blue IS	Fibra Óptica	Filtek™ Supreme XT
G3	Ultra Blue IS	Polímero	Filtek™ Supreme XT
G4	Ultra Blue IS	Polímero	Filtek™ Z250

MÉTODOS

ARTIGO 1

Confecção dos corpos-de-prova para os ensaios de grau de conversão e dureza:

Neste trabalho foram confeccionados cinco corpos-de-prova (CP) para cada Grupo (G1, G2, G3 e G4) avaliado com as resinas compostas Filtek™ Z250 (3M ESPE) e Filtek™ Supreme XT (3M ESPE) na cor A₂ fotoativadas com as diferentes ponteiras (fibra óptica e polímero), totalizando 20 corpos-de-prova para o ensaio de dureza e 20 para o grau de conversão.

Foi utilizada uma matriz metálica com diâmetro interno de 4 mm e espessura de 2 mm (ISO 4049). Uma lamínula de vidro e a matriz metálica foram posicionadas sobre a placa de vidro. As resinas compostas foram inseridas em único incremento no orifício da matriz, e, em seguida, posicionados uma tira de poliéster e um peso metálico de 1 kg que continha uma abertura para adaptação e posicionamento da ponta do aparelho fotoativador (Ultra Blue IS), conforme ilustrado na Figura 2. As resinas foram fotoativadas de acordo com as recomendações do fabricante e o grupo em questão.

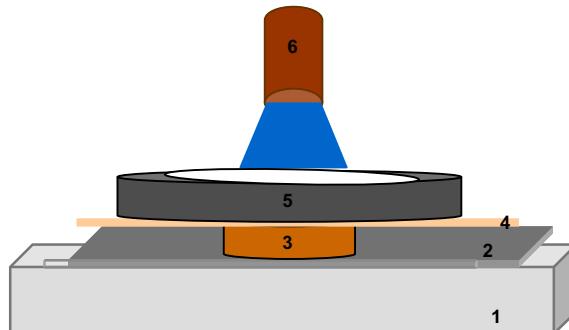


FIGURA 2. Confecção dos corpos-de-prova para avaliação da dureza e do grau de conversão: placa de vidro (1); lamínula de vidro (2); matriz metálica (3); tira de poliéster (4); peso de 1 kg (5); ponteira do aparelho (6).

Análise do Grau de Conversão por Espectroscopia Infravermelha**Transformada de Fourier (FT-IR):**

Após a confecção dos corpos-de-prova, os mesmos foram armazenados por um período de vinte e quatro horas, em recipientes plásticos escuros, em estufa à temperatura de 37°C ($\pm 1^\circ\text{C}$). Logo após esse período, os CP foram triturados em almofariz com pistilo de ágata até a obtenção de um fino pó e (Figura 3), em uma balança de precisão (Mettler Toledo) foram pesados. Foram utilizados 5 mg dos CP triturados, sendo misturados ao brometo de potássio (KBr) (100 mg) e, após a homogeneização, foram colocados em pastilhador metálico para serem levados à prensa (SKAY, São José do Rio Preto, Brasil) com pressão de dez toneladas, durante um minuto, para obtenção de uma pastilha (Figura 4). Em seguida, as pastilhas obtidas foram posicionadas e avaliadas no espectrofotômetro Nexus-470 FT-IR, Thermo Nicolet, equipado com detector TGS na faixa de 4000 – 300 cm^{-1} , utilizando acessório de refletância difusa operando com 32 scans, resolução de 4 cm^{-1} acoplado a microcomputador servidor (Figura 5).



FIGURA 3. Corpo-de-prova triturado até a obtenção de um fino pó.



FIGURA 4. Obtenção da pastilha.



FIGURA 5. Espectrofotômetro Nexus-470 FT-IR (Thermo Nicolet, EUA).

Os espectros foram obtidos pela técnica de transmissão observando-se os picos de absorbância.

Após a obtenção dos picos de absorbância no espectrofotômetro, o percentual de duplas ligações carbônicas não convertidas (%C=C) foi determinado pela taxa de intensidade de absorção entre ligações duplas de carbono alifáticas (1.637cm^{-1}) e ligações simples de carbono aromáticas (1.610cm^{-1}). O grau de conversão (GC) correspondente foi calculado pela fórmula:

$$GC(\%) = 1 - \frac{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}} \right)_{\text{curada}}}{\left(\frac{1637\text{cm}^{-1}}{1610\text{cm}^{-1}} \right)_{\text{amo - curada}}} \times 100$$

Análise das medidas de Dureza:

Após a confecção dos corpos-de-prova, os mesmos foram armazenados em estufa a 37°C ($\pm 1^\circ\text{C}$) por um período de 24 horas. Após o período de armazenamento, os CP foram levados ao Durômetro Micromet 2100 (Buehler, Lake Bluff, Illions, EUA) (Figura 6).



FIGURA 6. Durômetro Micromet 2100 (Buehler, Lake Bluff, Illions, EUA).

Os corpos-de-prova foram adaptados em um dispositivo metálico circular que promoveu a estabilização dos mesmos ao durômetro durante as leituras (Figura 7).

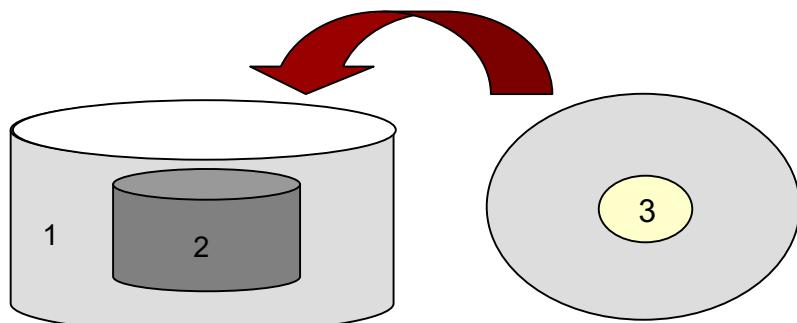


FIGURA 7. Dispositivo metálico com abertura central (1) para inserção de cilindro de suporte metálico (2) com mesmo diâmetro da matriz metálica (3), a qual será adaptada na superfície do dispositivo para ser levada ao durômetro.

Para o teste de dureza foi utilizada carga de cinqüenta gramas força (gf) e tempo de trinta segundos. Para cada corpo-de-prova, oito medidas foram realizadas nas superfícies de topo e base (Figura 8 e 9). Assim, foi determinado um valor médio da dureza (*Vickers*) para cada corpo-de-prova.



FIGURA 8. Lente de aumento para observação da área a ser escolhida.

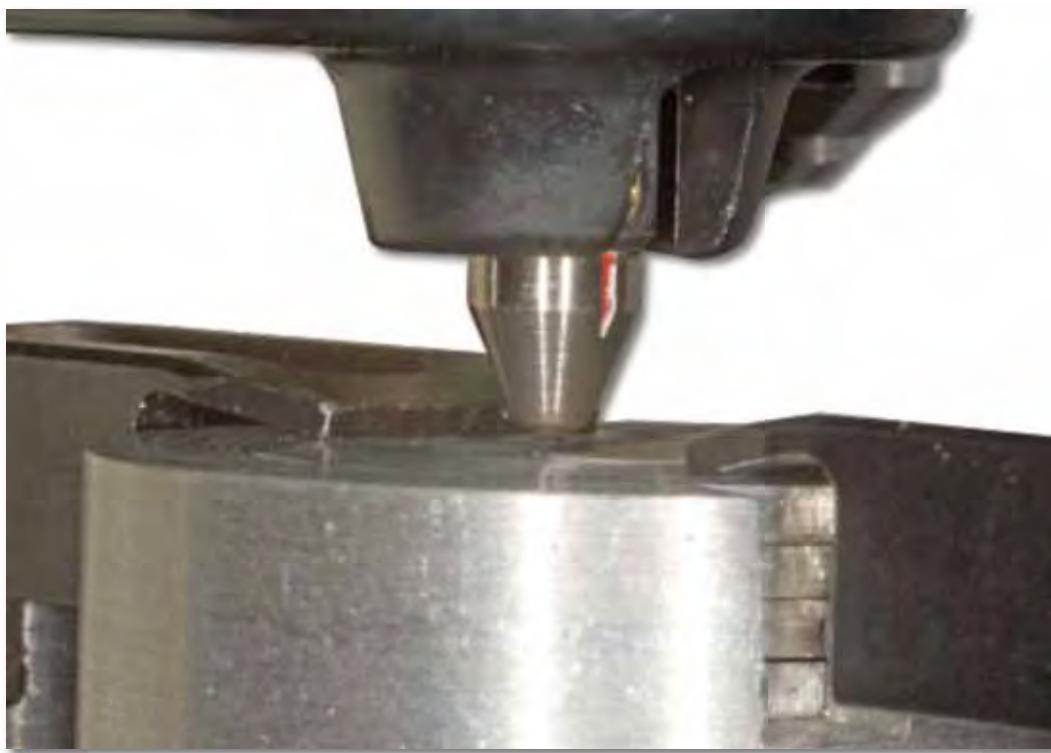


FIGURA 9. Impressão do diamante no corpo-de-prova.

MÉTODOS**ARTIGO 2****Ensaio de resistência à compressão:**

Para o ensaio de resistência à compressão foram confeccionados oito corpos-de-prova cilíndricos, por meio de matriz metálica bipartida em aço inoxidável, medindo 8 mm de altura e 4 mm de diâmetro interno (Figura 10). Após a montagem da matriz sobre uma tira de poliéster, lâmina de vidro para microscopia e placa de vidro, a resina composta foi inserida em pequenos incrementos, de aproximadamente 2 mm, por meio de espátula de Titânio nº 2 (Figura 11), e acomodados até o preenchimento da cavidade por meio de condensador de Ward número 3 (Duflex). A seguir, sobre a resina composta foi assentada uma tira de poliéster seguida de um peso metálico com massa de 1kg.



FIGURA 10. Matriz metálica bipartida em aço inoxidável, medindo 8 mm de altura e 4 mm de diâmetro interno.



FIGURA 11. Acomodação de incrementos de resina pelo orifício da matriz metálica.

Para a fotoativação, inicialmente a cada incremento de resina composta, os corpos-de-prova dos Grupos G1 e G2 foram expostos à luz do aparelho Ultra Blue IS com ponteira de fibra óptica, e os Grupos G3 e G4 com o aparelho Ultra Blue IS com ponteira de polímero por 20 segundos por meio da abertura existente no peso metálico utilizado como peso estabilizador. A seguir, o peso metálico foi removido para que a matriz pudesse ser invertida, o peso foi novamente reposicionado e a fotoativação da base do corpo-de-prova foi efetuada também por 20 segundos. Após as exposições iniciais, a matriz foi desmontada e o corpo-de-prova liberado para que 4 exposições laterais igualmente por 20 segundos e diametralmente opostas, fossem efetuadas, permitindo assim tempo adequado de fotoativação.

Imediatamente após a fotoativação, os corpos-de-prova foram depositados em frascos âmbar contendo 10 mL de água destilada e

armazenados em estufa a 37°C (± 1) durante 48 horas. Após este período, foi realizado o teste de resistência à compressão no Laboratório de Ensaios Mecânicos Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” – UNESP. Para a realização deste ensaio mecânico foi utilizada máquina universal de ensaio da marca comercial EMIC, (EMIC, São José dos Pinhais, Brasil), modelo DL2000, utilizando célula de carga de 5 KN e programada com a velocidade de 0,5 mm/minuto para o atuador (Figuras 12 e 13).



FIGURA 12 – Máquina de ensaio universal EMIC, modelo DL2000, com célula de carga de 5 KN.



FIGURA 13 – Corpo-de-prova posicionado para o ensaio de resistência à compressão.

O registro dos dados e a transformação para valores de tensão, em MPa, foram realizados por meio do mesmo programa de computador Tesc.

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

Araraquara, 05 de agosto de 2010.

MARÍLIA REGALADO GALVÃO RABELO CALDAS