

Estudo da contração de polimerização e do grau de conversão em função de diferentes resinas compostas e diferentes aparelhos fotopolimerizadores



HUGO LEMES CARLO

**Estudo da contração de polimerização
e do grau de conversão em função de
diferentes resinas compostas e
diferentes aparelhos
fotopolimerizadores**

Dissertação apresentada ao Curso de Pós-graduação - Área de Dentística Restauradora, da Faculdade de Odontologia de Araraquara - Unesp para obtenção do título de Mestre em Dentística Restauradora.

Orientadora:
Prof^a. Dr^a. Maria Salete Machado Candido

Araraquara

2004

Carlo, Hugo Lemes

Estudo da contração de polimerização e do grau de conversão de resinas compostas em função de diferentes aparelhos fotopolimerizadores. / Hugo Lemes Carlo. – Araraquara : [s.n.], 2004.

131 f. ; 30 cm.

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

Orientador: Profa. Dra. Maria Salete Machado Cândido

1. Resinas compostas 2. Fotopolimerizador I. Título.

Dados Curriculares

Hugo Lemes Carlo

Nascimento: 22/8/1977 - Uberlândia - MG

Filiação: Jarbas Carlo
Régia Maria Lemes Carlo

1996/2000 Graduação em Odontologia
Universidade Federal de Uberlândia

2001/2002 Curso de Pós-graduação - Nível Especialização - em Dentística
Restauradora pela Universidade Federal de Uberlândia

2001/2003 Professor Substituto da Área de Dentística e Materiais
Odontológicos da Faculdade de Odontologia de Uberlândia - UFU

2003/2004 Curso de Pós-graduação - Nível Mestrado - em Dentística
Restauradora pela Faculdade de Odontologia de Araraquara -
UNESP

Dedico este trabalho

A Deus

Pela Tua presença no meu dia-a-dia, orientando-me o caminho a seguir. Obrigado por me permitir chegar até aqui.

À minha Família

Meus pais ***Jarbas e Régia Maria***

Que sempre acreditaram em mim e me ajudaram a chegar até aqui, suportando os longos dias de distância.

Amo muito vocês!

Minha irmã, ***Rita***

Que essa etapa vencida reforce a idéia de que todo sonho pode tornar-se realidade, basta perseguí-lo com perseverança e muita força de vontade.

Você está sempre em minhas orações!

Fabíola

Seus esforços constantes para atingir o objetivo desejado e a força com que supera os obstáculos impostos pela vida são exemplos que jamais serão esquecidos.

O dia-a-dia é mais alegre com você ao meu lado!

Agradecimentos Especiais

À minha orientadora, ***Prof^a. Dr^a.
Maria Salete Machado Candido***,
pela orientação neste trabalho, pelos ensinamentos de
dedicação à vida universitária e pela paciência diante de
toda a minha “calma”. Obrigado pela amizade e pelo
acolhimento em seu lar.

À ***Prof^a. Dr^a. Jesuânia
Maria Guardiero Azevedo
Pfeifer***, por ter me incentivado e convidado a trilhar
o caminho da docência, acompanhando-me desde os passos
iniciais até hoje. Obrigado pela amizade, confiança e
respeito. Muito do que sou e sei hoje, devo a você.
Obrigado!

Ao ***Prof. Dr. Carlos José
Soares***, pela amizade e confiança em mim
depositadas. Obrigado por me receber de braços abertos na
Disciplina de Dentística e Materiais Odontológicos da
Faculdade de Odontologia de Uberlândia e pelos caminhos
que tem me ajudado a trilhar.

Ao amigo ***Eduardo Zancopé***, por ter,
durante nossa graduação, me convidado a procurar a
Disciplina de Dentística e Materiais Odontológicos da
Faculdade de Odontologia de Uberlândia para que
pudéssemos ter a oportunidade de exercer a função de
monitores na mesma.

***Obrigado, Cheguei até aqui graças
ao seu pontapé inicial!***

Agradecimentos

À *Faculdade de Odontologia de Araraquara, da Universidade Estadual Paulista “Júlio de Mesquita Filho” - UNESP*, nas pessoas de sua Diretora, *Profa. Dra. Rosemary Adriana Chierici Marcantonio*, e de seu Vice-diretor, *Prof. Dr. José Cláudio Martins Segalla*.

Ao Coordenador do Curso de Pós-Graduação em Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, *Prof. Dr. José Roberto Cury Saad*, pela amizade e pela alegria com que sempre nos recebeu em seu lar.

Aos demais professores da Disciplina de Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP: *Marcelo Ferrarezi de Andrade, Osmir Baptista de Oliveira Júnior, Sillas Luiz Lordelo Duarte Júnior, Sizenando de Toledo Porto Neto, José Roberto Cury Saad, Maria Salet Machado Candido e Welington Dinelli*.

Ao *Prof. Dr. Carlos Alberto de Souza Costa*, pela amizade cultivada durante esse período de convivência. Seus ensinamentos não serão esquecidos.

Aos *Professores do Programa de Pós-graduação em Dentística Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP*, pela atenção dedicada.

Aos professores da Disciplina de Dentística e Materiais Odontológicos da Faculdade de Odontologia de Uberlândia - UFU: *Carlos José Soares, Jesuânia Maria Guardiero Azevedo Pfeifer, Nelson Moreira Filho, Roberto Elias Campos e Paulo Sérgio Quagliatto*. Obrigado por me acolherem durante os primeiros passos da docência e por me ajudarem a ter chegado até aqui.

Ao **Prof. Dr. Gelson Luis Adabo**, pela disponibilidade e atenção com que sempre me recebeu em sua sala para discutirmos a metodologia e os resultados deste trabalho.

Ao **Prof. Dr. Antônio Eduardo Mauro**, do Instituto de Química de Araraquara - UNESP e ao amigo **Alexandre**, seu orientado, por terem me ajudado a desenvolver parte deste trabalho.

Aos colegas de turma: **Adriano, André, Caroline de Deus, Caroline Farias, Cláudia, Darlon, Elídio Neto e Martín** e especialmente aos amigos **Hugo Alvim e Renato**. Juntos somos muito, separados nada podemos fazer.

Aos **Funcionários do Departamento de Odontologia Restauradora da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP**, pela amizade, dedicação e respeito com que sempre me trataram.

Aos **Funcionários da Seção de Pós-graduação da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP**, pela dedicação e paciência com que sempre me atenderam.

Aos **Funcionários da Biblioteca da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP**, pela gentileza e eficiência com que sempre me atenderam.

À bibliotecária **Maria Helena Matsumoto Komasti** da Faculdade de Odontologia de Araraquara - UNESP, pela revisão das referências e pela gentileza e eficiência com que sempre me atendeu.

Ao amigo **Rodrigo Borges Fonseca**, pela sua amizade e pela realização da estatística deste trabalho.

Aos amigos **Cristiano, Jairo, Cristiane, Adriano, Bianca e Carla**, que mesmo não estando aqui, sempre tiveram palavras de carinho para me ajudar a superar a distância do lar e as dificuldades aqui enfrentadas.

Aos amigos **Luciano e Natália**, que me receberam de braços abertos quando cheguei a Araraquara.

Ao amigo e sócio, *Wesley Silva Machado*, que sempre me ajudou a conciliar os horários entre nossa clínica e o trabalho na universidade e pelo apoio quando precisei me ausentar.

... A todos que direta ou indiretamente contribuíram para o desenvolvimento deste trabalho.

Sumário

1.	Introdução.....	9
2.	Revisão da literatura.....	18
3.	Proposição.....	71
4.	Material e método.....	73
5.	Resultado.....	88
6.	Discussão.....	94
7.	Conclusão.....	110
8.	Referências.....	112
9.	Anexos.....	123
10.	Resumo.....	126
11.	Abstract.....	129

1 - Introdução

Atualmente, a busca dos pacientes por restaurações nas cores de seus dentes levou a um aumento na opção pelas resinas compostas como material para vários procedimentos restauradores.

A substituição de restaurações metálicas pelos chamados “materiais estéticos”, classificação em que estão inseridas as resinas compostas, é um assunto muito discutido desde o seu surgimento na década de 60. As resinas foram recebidas como algo revolucionário, pois teriam a capacidade de devolver ao paciente a estrutura dental perdida da maneira mais natural possível, resistir às forças mastigatórias e ainda apresentariam uma longevidade satisfatória na cavidade bucal.

Desde seu surgimento, passaram por um processo de sensível melhora em suas propriedades físicas, superando problemas que limitavam seu uso em diferentes situações clínicas. Entretanto, ainda apresentam-se muito sensíveis à técnica de trabalho, o que faz com que seu uso não seja tão “simples” quanto é o uso das ligas de amálgama (SAKAGUCHI et al.⁴²). Outro fator que motivou seu uso tão disseminado está relacionado à grande conservação da estrutura dental, visto que seu preparo cavitário restringe-se à simples remoção de tecido cariado. Tem-se aí o motivo das restaurações adesivas serem, atualmente, alvo da maioria dos estudos realizados na área da Dentística Restauradora. Esses estudos visam minimizar características indesejáveis apresentadas por esses materiais como manchamento, microinfiltração, danos pulpare e contração de polimerização.

A resina composta proposta por Bowen⁸ em 1963, inicialmente, apresentava ativação através de uma reação química entre um agente iniciador constituído de peróxido de benzoíla e um ativador constituído por uma amina terciária. Quando as duas pastas contendo os dois componentes eram misturadas, iniciava-se a formação de radicais livres e o processo de polimerização por adição era iniciada (ANUSAVICE³; RUEGGBERG et al.⁴⁰). Como a polimerização iniciava-se imediatamente após a mistura, o profissional estava limitado a um curto espaço de tempo durante o qual necessitava inserir o material no preparo cavitário e a mantê-lo em posição até final da reação (NOMOTO³⁰; RUEGGBERG et al.⁴⁰). Além disso, a mistura das pastas levava ao efeito deletério de incorporação de bolhas no interior da massa durante a manipulação (NOMOTO³⁰).

A partir dos anos 70, esse processo foi substituído por ativação física fazendo-se uso da luz para tal fim. Inicialmente foram utilizados espectros de luz invisíveis (comprimentos de onda de 10 nm a 380 nm), que são os denominados espectros de luz ultravioleta (POULOS e STYNER³⁷). À vista dos malefícios que esse sistema podia causar à visão dos indivíduos, passou-se a utilizar outros comprimentos de onda situados no espectro da cor visível (400 nm a 700 nm) (POULOS e STYNER³⁷). Neste caso, o processo de polimerização inicia-se quando a canforoquinona - iniciador - absorve a luz azul e torna-se excitada pela mesma. Uma vez ocorrendo essa excitação, a canforoquinona retira um átomo de hidrogênio da amina terciária - agente redutor - gerando um radical amina primário que ataca a dupla ligação existente entre átomos de carbono dos

monômeros. Esse processo resulta na formação de novos radicais, chamados radicais de propagação, que atacam essas ligações em outras moléculas de monômeros e iniciam, assim, a polimerização (ANUSAVICE³; TESHIMA et al.⁵⁰; VENHOVEN et al.⁵⁶). As concentrações desses componentes podem variar de 0,15% a 1% M/M para a canforoquinona e de 0,1% a 1,4% M/M para a amina (VENHOVEN et al.⁵⁶). Outros agentes iniciadores podem ser associados à canforoquinona para auxiliá-la nesse processo, como a fenil-propadiona (PPD) (ASMUSSEN e PEUTZFELDT⁵).

Três componentes são considerados essenciais para uma adequada polimerização dos compósitos fotoativados: intensidade de luz, comprimento de onda da luz e tempo de polimerização (KNEZEVIC et al.²⁵). Esses materiais oferecem vantagens clínicas quando comparados com os ativados quimicamente, como fácil manipulação e inserção na cavidade, menor porosidade, menor sensibilidade à inibição pelo oxigênio e maior tempo de trabalho (KINOMOTO et al.²³; PRICE et al.³⁸; RUEGGBERG et al.⁴⁰; YAP et al.⁵⁸). Uma desvantagem a ser considerada é a contração de polimerização, pois, nas resinas de presa física, o estresse de contração é maior do que aquela apresentada pelas resinas de presa química (KINOMOTO et al.²³).

Essa é uma desvantagem a ser considerada porque, para alguns autores, o maior problema desses materiais ainda é a contração de polimerização, sendo sua diminuição ou eliminação fonte de muitos estudos atuais (CHUNG et al.¹¹; YAP et al.⁵⁹). A contração total pode ser dividida em duas fases: pré-gel e pós-gel.

A fase pré-gel é aquela em que o material ainda se apresenta numa fase não rígida, na qual é capaz gerar menores tensões de contração e passar por um processo de relaxamento das mesmas, permitindo que haja um escoamento da resina, o que dissipa melhor a tensão (estresse) gerada na interface dente/material restaurador.

Na fase pós-gel, tem-se a ausência do processo de escoamento e, como consequência, o estresse gerado não mais será compensado, prejudicando a união dente/restauração e, resultando, assim, na formação de uma fenda capaz de possibilitar microinfiltração marginal, cáries secundárias, sensibilidade pós-operatória e deformação da estrutura dentária se houver uma forte união entre esta e o material restaurador, podendo inclusive ocorrer fratura na interface resina-esmalte no ângulo cavo-superficial (CEHRELI e CANAY¹⁰; EMAMI et al.¹³; PALIN et al.³³; SAKAGUCHI et al.⁴²; YAP et al.⁵⁸; YAP et al.⁵⁹).

A contração de polimerização, segundo alguns autores (CHUNG et al.¹¹), poderia ser diminuída pelo aumento de partículas inorgânicas na composição das resinas, mas este método, embora simples, tem como resultado a criação de um material com baixa fluidez, o que dificulta a sua manipulação por parte dos profissionais. Tentativas foram feitas no sentido de se utilizar monômeros metacrilatos de mais alto peso molecular, diminuindo ou substituindo a quantidade de monômeros inicialmente propostos na composição das resinas, como uma tentativa de diminuir sua contração de polimerização (CHUNG et al.¹¹).

Outra forma de solucionar os efeitos da contração de polimerização seria iniciar o processo de cura do material com uma intensidade de luz reduzida para que ele pudesse dissipar melhor esse estresse em sua fase pré-gel, promovendo-se um aumento na intensidade para atingir as qualidades mecânicas necessárias para desempenhar suas funções na cavidade bucal (YAP et al.⁵⁸).

Como visto, não só a composição dos materiais influi na contração de polimerização; os aparelhos fotopolimerizadores e as técnicas de utilização dos mesmos também têm relação com esses resultados. O aparelho mais utilizado nos consultórios odontológicos é o aparelho de luz halógena e, por isso, também denominado convencional. Esse aparelho funciona com uma lâmpada que possui um filamento de tungstênio protegido por uma cápsula de quartzo com gases inertes em seu interior. A luz é gerada quando a corrente elétrica passa por esse filamento, o que leva à emissão de um feixe de luz em alta intensidade e em vários comprimentos de onda. Para que se aproveite apenas o comprimento de onda próximo ao pico de absorção da canforoquinona, faz-se uso de um filtro entre a lâmpada e a ponta emissora de luz para que passem apenas as emissões nos espectros entre 400 nm e 520 nm (JANDT et al.²⁰; KURACHI et al.²⁶; NOMOTO e HIRASAWA³¹; POULOS e STYNER³⁷; STAHL et al.⁴⁷; TARLE et al.⁴⁹; TSAI et al.⁵¹; UHL et al.⁵³; YOON et al.⁶⁰). Não há necessidade do uso dos outros espectros produzidos porque, segundo Pilo et al.³⁶, o pico de absorção da luz pela canforoquinona situa-se próximo ao valor de 470 nm. Uma das desvantagens desses aparelhos é o aquecimento gerado pelos altos comprimentos de onda que não são utilizados, o que diminui a vida média da lâmpada, bem

como a de outros componentes dos mesmos (JANDT et al.²⁰; NOMOTO e HIRASAWA³¹; POULOS e STYNER³⁷; STAHL et al.⁴⁷; TSAI et al.⁵¹; UHL et al.⁵⁴). Além disto, o calor gerado pode causar danos ao tecido pulpar (PILO et al.³⁶; SAKAGUCHI et al.⁴²; TARLE et al.⁴⁹; UHL et al.⁵³).

Os Diodos Emissores de Luz (LED), uma alternativa interessante para a polimerização das resinas compostas, foram propostos para tal fim no início da década de 90 (SWANSON et al.⁴⁸). Muitos os conhecem de alguns aparelhos eletrônicos, pois eles nada mais são do que as luzes vermelhas indicativas desses aparelhos. Em vez de um filamento aquecido, como o que é utilizado nas lâmpadas halógenas, o aparelho LED usa junções de semicondutores dopados. São dois os semicondutores, um do tipo *n*, que tem excesso de elétrons, e o outro, do tipo *p*, que tem falta de elétrons. Quando a tensão elétrica é aplicada entre esses dois semicondutores, os elétrons se movimentam da camada *n* para a camada *p* e essa movimentação gera fótons em uma estreita faixa de comprimento de onda, que terá seu valor dependente da composição desses semicondutores (KURACHI et al.²⁶). Segundo UHL et al.⁵⁴, a luz azul é produzida a partir de semicondutores de Índio-Gálio-Nitrogênio (In-Ga-N). Não há a necessidade de uso de filtros porque esses aparelhos emitem a luz em um comprimento de onda convenientemente próximo ao da excitação da canforoquinona e, além do mais, possuem uma expectativa de vida útil muitas vezes maior do que os de luz halógena, sem perda da intensidade ao longo do tempo (JANDT et al.²⁰; TSAI et al.⁵¹; UHL et al.⁵³; YOON et al.⁶⁰).

Quando se quer medir a contração de polimerização dos compósitos, várias metodologias podem ser utilizadas, como medidas de contração volumétrica utilizando-se dilatômetros de mercúrio ou água, medidas de contração linear utilizando-se linômetros ou sensores de deformação, medidas de densidade e até cálculos baseados em medidas do grau de conversão (CEHRELI e CANAY¹⁰; FEILZER et al.¹⁵; SHARP et al.⁴⁵).

Uma das maneiras de medir o grau de conversão de resinas compostas é utilizando-se estudos do espectro de luz absorvido pela amostra para avaliar sua constituição e, assim, determinar a quantidade de ligações C=C que diminuíram durante o processo de polimerização. Um método confiável para tal é a espectrometria no infravermelho. A chamada radiação infravermelha corresponde aproximadamente à parte do espectro eletromagnético situada entre as regiões do visível e das microondas. A porção de maior utilidade está situada entre 4000 cm^{-1} e 400 cm^{-1} . Embora o espectro de infravermelho seja característico da molécula como um todo, certos grupos de átomos dão origem a bandas que ocorrem mais ou menos na mesma frequência, independente da estrutura da molécula. É justamente a presença dessas bandas características de grupos que permitem a obtenção, através do exame do espectro e consulta a tabelas, de informações estruturais sobre a molécula em estudo. Atualmente o teste mais rotineiro de ser feito é aquele em que se utiliza um aparelho de espectrometria de infravermelho por transformações de Fourier (FTIR) por apresentar vantagens como não usar monocromadores, permitir ganho de tempo,

resoluções extremamente altas e excelentes espectros com muito pouca amostra (SILVERSTEIN e WEBSTER⁴⁶).

Haja vista todos os estudos realizados visando melhorar-se as características do material resina composta e seu processo de polimerização, os mesmos ainda apresentam características indesejáveis que necessitam ser sanadas e que, dessa forma, fazem com que o mesmo ainda seja objeto de trabalhos de pesquisa em todo em mundo.

2 - Revisão da literatura

Bowen⁸, em 1963, tentou obter um material para a restauração de dentes anteriores que apresentasse menores valores de solubilidade, sensibilidade à umidade e friabilidade do que os cimentos de silicato e que apresentasse melhor estabilidade dimensional do que as resinas à base de metil metacrilato com presa exclusivamente química disponíveis na época. Para tal o autor reforçou, pela adição de partículas de sílica vítrea, uma massa de polímero orgânico. Essas partículas sofreram um tratamento de superfície à base de vinilsilano para melhorar a sua união à resina. Desenvolvido o material, este foi então testado comparativamente com cimento de silicato e resinas reforçadas por partículas sem o revestimento de vinilsilano. Os testes realizados foram o de contração de polimerização, solubilidade e desintegração, coeficiente de expansão térmica, estabilidade de cor, opacidade, força de compressão, tensão, módulo de elasticidade, dureza e toxicidade. Ao final, verificou-se que o material desenvolvido pelo autor apresentou melhorias em suas propriedades físicas quando comparado aos demais materiais estudados e com valores próximos aos tecidos duros dentários.

Para verificar o efeito da intensidade de luz e a técnica de inserção na contração de polimerização das resinas compostas, Sakaguchi et al.⁴², em 1992, utilizaram de três marcas comerciais (P-50, Silux Plus e Herculite XR) e o aparelho Visilux 2 (3M). Foram então avaliados a elevação da temperatura gerada

pela fonte de luz, a temperatura gerada pela polimerização exotérmica dos materiais, o efeito da cor dos compósitos e da espessura da amostra durante a contração e o efeito da intensidade de luz. A elevação de temperatura gerada pela fonte foi medida colocando-se um termômetro de medida no topo da ponta guia de emissão de luz. A temperatura da reação exotérmica foi obtida colocando-se o mesmo aparelho embebido pelo material (na cor U) em uma espessura de 2 mm. O efeito da cor e da espessura das amostras foi obtido por meio da mensuração da contração de polimerização usando-se sensores de deformação (strain gauge), sendo utilizadas três cores para cada resina (XL, G e Y) em espessuras que variaram de 0,9 mm a 3,0 mm. Por último, o teste do efeito da intensidade foi realizado também através da medição com sensores de deformação. Para isso, filtros atenuadores foram utilizados à frente da ponta do aparelho para se obter intensidades de luz da ordem de 10%, 40%, 60% e 100%. A temperatura gerada pelo aparelho foi medida em 14,2° C. A elevação de temperatura gerada pelos materiais foi significativamente menor para a resina P-50 e há uma relação linear entre a contração de polimerização e a intensidade de luz.

A profundidade a que a luz chegará, garantindo uma correta polimerização do material, foi objeto de estudo de Rueggeberg et al.⁴⁰, em 1994, ao avaliar o impacto da variação da intensidade da fonte de luz e a duração do tempo de exposição em diferentes profundidades. Uma fonte de emissão de luz halógena foi especialmente montada com uma potência de 800 mW/cm². Os tempos de exposição utilizados foram 20, 40, 60 e 80 segundos. À frente do filtro

de luz azul foram utilizados filtros para atenuar a intensidade em 72,3%; 50,2% e 29,2%. As amostras foram confeccionadas em aparato especial que permitia que uma fina camada do material fosse obtida na superfície e em profundidades de 1 mm, 2 mm e 3 mm. A profundidade de polimerização foi medida pelo grau de conversão realizado por FTIR (espectrometria de infravermelho por transformações de Fourier), e os picos de absorbância utilizados foram os presentes entre a ligação C=C alifática (1.637 cm^{-1}) e a ligação C=C aromática (1.608 cm^{-1}). Os valores do grau de conversão foram obtidos de uma razão entre a intensidade de absorção da ligação C=C alifática e da ligação C=C aromática antes e depois da polimerização, sendo as amostras posicionadas entre placas de ZnSe. Ao final, chegaram à conclusão de que 60 segundos é o tempo mais recomendado para polimerização; os incrementos utilizados em uma restauração não devem ser maiores do que 2 mm sendo 1 mm a medida preferencial; não se deve trabalhar com intensidades menores do que 233 mW/cm^2 , sendo a intensidade de 400 mW/cm^2 a mais indicada.

Um dos problemas das resinas compostas com o decorrer do tempo é a instabilidade de cor. Imazato et al.¹⁹, em 1995, realizaram um estudo para verificar a relação, o grau de conversão e a descoloração desses materiais. Um material fotoativado à base de Bis-GMA e TEGDMA incorporado de 65% em massa de carga foi desenvolvido para o experimento. A mistura de concentrações de Bis-GMA/TEGDMA foi feita nas seguintes proporções: 75/25, 70/30, 67/33 e 50/50 por peso. A resina foi então inserida em uma matriz de aço com 10 mm de

diâmetro interior e 2 mm de altura, sendo polimerizada por 160 segundos no topo e na base. Metade das amostras foi armazenada por 24 horas em ambiente escuro e a outra metade passou por um processo de polimerização extra por 15 minutos a 100° C. Para a espectrometria de infravermelho por transformações de Fourier (FTIR), a resina composta polimerizada foi pulverizada e do pó que surgiu utilizaram a medida de 2 mg adicionado de 200 mg de pó de brometo de potássio para a confecção de uma pastilha que foi levada ao aparelho para a realização das medidas, as quais foram realizadas observando-se os picos de absorção de 1.638 cm^{-1} e 1609 cm^{-1} . O mesmo procedimento foi realizado para uma massa de resina ainda não polimerizada. A mensuração da cor foi feita deixando-se as amostras estocadas em água a 60° C em ambiente escuro, sendo as medidas feitas depois de 1, 2, 3 e 4 semanas de imersão. Para essa verificação utilizaram analisador de diferença de cor segundo a JIS Z 8722. As amostras que possuíam grandes quantidades de TEGDMA apresentaram maiores valores de conversão, e esse mesmo grau de conversão foi aumentado quando realizado o procedimento de polimerização extra. Os valores de descoloração das amostras que não passaram por esse tratamento adicional diminuíram à medida que as concentrações de TEGDMA aumentaram. Amostras com tratamento adicional de polimerização apresentaram resultados similares aos não tratados.

Feilzer et al.¹⁵, em 1995, avaliaram o efeito da intensidade de luz na integridade da interface cavidade/restauração em cavidades classe V e na contração de polimerização. A integridade da restauração foi medida realizando-

se cavidades classe V nas faces vestibular e lingual de caninos e pré-molares humanos extraídos, sendo estes divididos em três grupos de acordo com os materiais utilizados: Grupo 1- cavidade restaurada utilizando-se o sistema adesivo Clearfil Liner Bond (o sistema constitui-se de um condicionador ácido (CA), um primer (SA primer), um adesivo (Clearfil Photo Bond) e um material para confecção de uma camada elástica sobre a restauração (Protec Liner)) em associação com a resina Clearfil Lustre 2; Grupo 2- cavidade restaurada com o sistema Clearfil Liner Bond sem o emprego de Protec Liner em associação com a resina Clearfil Lustre 2; Grupo 3- cavidade restaurada com o sistema Clearfil Liner Bond e completa substituição da resina Clearfil Lustre 2 por Protec Liner. Esses grupos foram ainda divididos em outros dois, sendo um polimerizado por um aparelho de luz halógena com 250 mW/cm^2 e outro, por um outro aparelho com 650 mW/cm^2 . As amostras foram seccionadas e observadas em microscópio eletrônico de varredura para verificar a adaptação em cinco pontos equidistantes. A contração de polimerização da resina Clearfil Lustre 2 foi avaliada por medições realizadas em um linômetro por um período de 60 minutos de observação, onde obtiveram valores de contração linear iniciais, os quais foram transformados em valores de mensuração volumétrica. Nesse momento do experimento, foram utilizados os mesmos aparelhos da primeira fase. Não houve diferença de resultados entre os Grupos 1, 2 e 3 com relação aos materiais, mas, quando avaliado o efeito dos aparelhos, o de menor intensidade de luz apresentou valores significativamente menores do que o outro. A contração de polimerização

apresentou valores diferentes entre os tempos de 3 segundos e 15 minutos e, após este segundo tempo, tornaram-se iguais.

As resinas compostas utilizam como sistema ativador da polimerização a canforoquinona (CQ), que tem um espectro de absorção de luz em torno de 468 nm. Visando observar o efeito da concentração do agente fotossensível (canforoquinona) e do agente de redução (amina terciária), Venhoven et al.⁵⁶, em 1996, sintetizaram resinas compostas com diferentes concentrações desses agentes nas proporções de 0,1%; 0,25% e 0,5% M/M. Os efeitos dessas alterações foram obtidos medindo-se a contração linear em um linômetro. As amostras foram confeccionadas sobre o aparelho em um disco de alumínio revestido de lubrificante e recoberto por uma lâmina de vidro. As dimensões das amostras eram de 5 mm de diâmetro e 1,5 mm de espessura. A partir dessa medida linear, calculou-se o valor em unidade de volume. O grau de conversão foi medido por espectrometria de infravermelho com transformações de Fourier (FTIR), possuindo as amostras 0,3 mm de espessura. O material foi polimerizado em todos os testes por 10, 20 ou 60 segundos. Avaliando as concentrações dos agentes fotossensíveis e de redução, os autores verificaram que, diminuindo a concentração de ambos, a velocidade de contração pode ser diminuída significativamente, sem comprometer a conversão.

Em 1997, Nomoto³⁰ realizou um estudo para avaliar a influência do comprimento de onda da luz na polimerização de resinas e definir qual seria o mais adequado. O autor removeu o filtro da unidade fotopolimerizadora e o

substituiu por outros para que pudesse trabalhar em diferentes comprimentos de onda. Também fez uso associado de outros filtros que pudessem reduzir a intensidade da radiação. Uma resina composta foi especialmente elaborada, à base de Bis-GMA e TEGDMA, incorporada de carga e dos agentes fotossensível (canforoquinona) e iniciador (amina). As amostras foram confeccionadas com uma espessura de 40 μm e polimerizadas em intervalos de tempo de 5, 10, 20, 30, 60 e 90 segundos. Durante três meses, esse material foi mantido imerso em metanol depois de realizada a espectrometria, para que se pudesse comparar os resultados obtidos com a espectrometria de infravermelho por transformações de Fourier (FTIR) com os resultados obtidos da avaliação do líquido com cromatografia líquida de alta performance (HLPC). Para o método de FTIR, as amostras foram posicionadas entre dois discos de brometo de potássio (KBr), e os picos de absorbância utilizados foram os presentes entre a ligação C=C alifática (1.637 cm^{-1}) e da ligação C=C aromática (1.608 cm^{-1}). Os valores do grau de conversão e a conversão de polimerização foram obtidos de uma razão entre a intensidade de absorção da ligação C=C alifática e da ligação C=C aromática antes e depois da polimerização. O comprimento de onda mais eficiente foi o de 470 nm, e a região mais adequada do comprimento de onda para ser utilizada é a compreendida entre 450 nm - 490 nm. A absorbância de luz pela canforoquinona afeta a polimerização, estando esta também dependente da energia a que é exposta.

Para serem utilizados e promover uma correta polimerização dos materiais resinosos, os aparelhos de luz halógena devem apresentar valores de emissão de luz satisfatórios para a conversão correta dos monômeros em polímeros. Com base nisso, Poulos e Styner³⁷, em 1997, realizaram um estudo para verificar o efeito do tempo sobre a emissão de luz de aparelhos fotopolimerizadores da Universidade de Nova York. Os aparelhos foram divididos em três grupos, levando-se em conta a idade e o tempo de uso: Grupo I - um ano e tempo de uso de aproximadamente 20 horas; Grupo II - dois anos e uso de aproximadamente 60 horas, Grupo III: três anos e uso de 120 horas. Cada aparelho teve sua intensidade de luz emitida medida por três vezes com o auxílio de um radiômetro. A média dos resultados dos Grupos I e II foi 423 mW/cm^2 e para o Grupo III foi 376 mW/cm^2 . Com base nisso, os autores demonstraram que a intensidade de luz emitida pelos aparelhos fotopolimerizadores de lâmpada halógena diminui com o uso ao longo do tempo.

Em 1998, Anusavice³ discorreu sobre a composição das resinas compostas e a função desempenhada por cada componente durante o processo de polimerização. Afirmou que, na matriz orgânica desses materiais, os monômeros de alto peso molecular, como o Bis-GMA, são extremamente viscosos à temperatura ambiente, sendo necessária a adição de monômeros de baixo peso molecular, como o TEGDMA, para haver uma diluição do composto de modo a se obter o mesmo em uma consistência que possa ser utilizada clinicamente. Como resultado dessa adição, existe um efeito indesejável, que é o aumento na contração

de polimerização. O autor ainda citou que, com relação à fase inorgânica, propriedades físicas como resistência à compressão e à tração e o módulo de elasticidade aumentam à medida que se aumenta a quantidade de partículas.

Também em 1998, Sakaguchi e Berge⁴¹ realizaram um estudo para verificar a relação entre a densidade de energia do aparelho fotopolimerizador, o grau de conversão e a contração de polimerização. Para isso, utilizaram a resina Bisfil P e um aparelho de luz halógena, na qual eram colocados filtros na frente da ponta emissora de luz para diminuir a intensidade de luz do mesmo. Cinco grupos foram criados para o estudo: Grupo A - aparelho funcionando com 34% de sua intensidade; Grupo B - aparelho funcionando com 49% de sua intensidade; Grupo C - aparelho com 71% de sua intensidade; Grupo D - aparelho usado com 71% de sua intensidade por 20 segundos, sendo então utilizada sua intensidade a 100% por mais 20 segundos; Grupo E - aparelho utilizado com 100% de sua intensidade. A contração de polimerização foi medida utilizando-se sensores de deformação (strain gauge) e a conversão por espectrometria de infravermelho (FTIR) das superfícies de topo e base das amostras que foram utilizadas no experimento anterior. O grau de conversão foi medido pela razão entre os picos de absorbância das ligações C=C alifática (1.636 cm^{-1}) e C=C aromática (1.609 cm^{-1}). Verificaram que o grau de conversão na superfície de topo não se mostrou sensível a mudanças na intensidade de luz como na base. A tensão está relacionada com a intensidade de luz. Os valores de grau de conversão das amostras polimerizadas em duas intensidades de luz não apresentaram diferença

daquelas onde foi utilizada a mais alta ou mais baixa intensidade. A tensão gerada pelo Grupo D não se mostrou estatisticamente diferente da gerada pelo grupo A.

Acreditava-se que as resinas compostas fotopolimerizadas possuíam um vetor de polimerização direcionado para a fonte de luz e que isso garantia uma boa adaptação marginal do material quando se direcionava sua cura através das paredes e do término cervical do preparo. Assim, Versluis et al.⁵⁷ avaliaram, em 1998, a direção de contração de polimerização de resinas compostas auto e fotopolimerizadas para verificar se esse pré-suposto era correto. Para isso utilizaram-se do método de elementos finitos para o desenvolvimento de seu estudo (o método em questão trata-se de uma avaliação realizada em computador onde as características dos materiais, bem como a situação em estudo, são fornecidas a um computador e este realiza uma projeção do resultado). Os autores estudaram a direção do vetor de contração dos dois materiais em cavidades com contração livre (sem união ao esmalte e dentina), com união ao esmalte e com união ao esmalte e à dentina, variando ainda a direção da luz (em 45° e 90° com a superfície da cavidade) quando do uso de resinas fotoativadas. Como resultado obtiveram que, independente da resina composta utilizada e da direção da fonte de luz, quando existe união entre o material e a estrutura dentária, os vetores originados serão sempre em direção às paredes do preparo cavitário, ficando, assim, esse processo dependente da configuração do preparo e da qualidade da união entre o material e a estrutura dental.

A partir do questionamento da direção de contração de polimerização das resinas compostas, Asmussem e Peutzfeldt⁴, em 1999, realizaram um trabalho pelo qual visavam verificar os resultados anteriormente descritos na literatura. Tendo então esse objetivo, construíram matrizes metálicas com três medidas de comprimento: 3 mm, 4 mm e 5 mm. A resina foi inserida nesse espaço com excesso e duas tiras de poliéster foram colocadas sobre o topo e a base. A face onde ocorria extravasamento do material para o espaço entre a tira de poliéster e a matriz, os autores denominaram de área de “flash” (região onde a resina composta estava presa). A face onde isso não ocorria os autores denominaram de “flush”. A amostra era então comprimida entre duas barras metálicas paralelas por 5 segundos e depois polimerizada, sendo a luz colocada em um grupo pelo lado de “flash” e em outro pelo lado de “flush”. As amostras eram então levadas a um aparelho de medida para verificar a contração de polimerização da resina composta, onde era observado o seu deslocamento ao centro ou ao exterior da massa dando origem a uma forma convexa ou côncava respectivamente. Essa forma originada representa se a contração se deu em direção (convexa) ou contra (côncava) a fonte de luz. Em todas as situações, a resina sofreu uma contração em direção à luz, mas com valores diferentes. Como resultado disso, os autores concluíram que a direção de contração de polimerização é uma interação entre direção da luz, retenção do material e espessura do mesmo.

Também em 1999, Kinomoto et al.²³ decidiram avaliar a direção da contração de polimerização de resinas de ativação química e pela luz por intermédio da distribuição e da magnitude do estresse interno em restaurações. Os autores utilizaram uma marca comercial de resina composta (Palfique Clear) e desenvolveram outra com características próximas às da anterior, mas com presa química. Para o experimento fizeram a inserção desses materiais em matrizes de resina com dimensões de 5 mm x 2 mm x 2 mm, polimerizando-os, quando necessário, por 80 segundos. As amostras foram então seccionadas e avaliadas em um microscópio de luz polarizada. A direção das linhas de estresse e o estresse gerado foram semelhantes para os dois tipos de materiais, sendo a magnitude diferente, com valores maiores para a resina de cura pela luz.

Para verificar qual deve ser o pico de absorbância a ser utilizado durante a realização de um teste de FTIR em compostos que não são constituídos de cadeias aromáticas (como, por exemplo, cadeias à base de UDMA), Nomoto e Hirasawa³¹, em 1999, avaliaram resultados obtidos nessas condições quando da medida de monômeros residuais pelo método de FTIR e pela Cromatografia líquida de alta performance (HLPC). Resinas compostas à base de UDMA foram especialmente sintetizadas (UDMA/ Bis-GMA, UDMA/ TEGDMA e UDMA/ Bis-MPEPP) e adicionadas de canforoquinona, amina e 50% de carga em peso. As amostras foram confeccionadas e assim realizaram-se as medidas de monômero residual por FTIR utilizando-se o pico de absorbância da ligação N-H (3.373 cm^{-1}). Essas amostras foram imersas em 10 ml de metanol para a extração

dos monômeros residuais por 30 dias. Após esse período, nova leitura de FTIR foi feita na resina composta e foi realizado também o teste de HPLC sobre o metanol utilizado na imersão das amostras de FTIR. Os valores obtidos pelos dois testes foram então avaliados, chegando os autores à conclusão de que a espectrometria no infravermelho pode utilizar os picos de absorbância da ligação N-H (3.373 cm^{-1}) quando os materiais estudados não possuem cadeias aromáticas.

Existe um problema com relação à quantidade de canforoquinona a ser inserida na composição dos materiais pelo fato de a mesma deixá-los com uma cor amarelada, o que impede seu uso em concentrações mais elevadas (fato esse que, se fosse possível, permitiria o desenvolvimento de materiais com um grau de conversão maior). Em vista disso, Park et al.³⁴, em 1999, testaram a possibilidade da substituição ou do uso conjunto da canforoquinona com 1-phenyl-1,2-propanodiona (PPD). Como resultado, obtiveram que, quando usado isoladamente, o PPD apresentou valores de grau de conversão (DC) da resina composta próximos ao da canforoquinona, mas que, quando usado em associação ao segundo, juntos obtiveram valores de DC mais elevados. Foi também realizado um teste de comparação de cor visual por três examinadores diferentes em luz do sol para verificar se os corpos de teste de PPD apresentariam uma cor amarelada (o que não foi verificado). Assim, os autores propuseram um estudo da biocompatibilidade do PPD para que o mesmo possa ser utilizado em associação à canforoquinona, melhorando assim o DC e o tom amarelado dos materiais resinosos.

Pilo et al.³⁶, em 1999, avaliaram a intensidade de luz de aparelhos de luz halógena em consultórios particulares no centro de Israel. Os autores avaliaram a intensidade da radiação eletromagnética emitida em comprimentos de onda de 400 nm a 520 nm (segundo as instruções do aparelho, os valores obtidos não devem ser menores que 200 mW/cm²) e também a radiação emitida entre 520 nm e 1.100 nm, sendo esta a radiação responsável pela emissão de calor e, por isso, segundo as instruções do aparelho, os valores obtidos não devem ser maiores que 50 mW/cm². Um total de 130 aparelhos foi avaliado e, desse número, 50 foram selecionados para a realização de teste de dureza superficial Knoop de topo e base. A resina utilizada foi a Brilliant Esthetic Line na cor A2, sendo esta inserida em uma matriz com 6 mm de diâmetro e 3 mm de espessura e irradiada por 50 segundos. Ao final, concluíram que 45% das unidades testadas apresentaram valores maiores do que 300 mW/cm², 22% apresentaram valores entre 200 mW/cm² - 299 mW/cm², e 33% valores menores 199 mW/cm². De acordo com as recomendações, 76% apresentaram valores menores que 50 mW/cm² e 24% valores maiores do que esse. A correlação entre os resultados de dureza e a leitura de intensidade de luz mostrou a utilidade de se fazer uso de radiômetros para prever a habilidade de polimerização de fontes de luz.

Em 2000, Adabo¹ avaliou a contração de polimerização, a resistência à flexão e a concentração de partículas inorgânicas por massa e por volume de sete marcas comerciais de resina composta (Alert, Ariston, Solitaire, Definite, Filtek P60, Z100 e Tetric Ceram). A contração de polimerização foi

medida pela inserção dos materiais em um anel plástico, e a leitura das alterações foi feita por meio de um instrumento eletrônico de medidas lineares. A resistência à flexão foi mensurada em uma máquina de ensaios, sendo a confecção dos corpos-de-prova e o dispositivo para o ensaio orientado pela norma ISO nº 4049. O conteúdo de partículas inorgânicas por massa foi obtido pesando-se a amostra antes e depois de removida sua porção orgânica em forno à temperatura de 700°C, enquanto o conteúdo por volume foi obtido com base no princípio de Arquimedes, pelo qual o volume da amostra foi obtido antes e após a remoção de sua porção orgânica pesando-se o material ao ar e imerso em água. Como resultado, obteve-se que as resinas Alert e Z100 possuem os maiores valores de conteúdo de partícula inorgânica por volume, seguidas dos materiais Filtek P60 e Ariston, que foram superiores a Tetric Ceram, Definite e Solitaire. O conteúdo de partículas por massa foi maior para as resinas Alert e Z100 seguidas, na seqüência, pelos compósitos Filtek P60, Ariston, Tetric Ceram, Definite e Solitaire. A menor média de contração de polimerização foi encontrada na resina Alert seguida de Definite e Filtek P60, tendo esta última valor similar ao da Z100. Os maiores valores foram encontrados para os compósitos Ariston, Solitaire e Tetric Ceram com resultados semelhantes entre eles. As médias de resistência à flexão apresentaram-se na seguinte ordem: Filtek P60, Z100, Tetric Ceram, Alert, Ariston e Definite, sendo o maior valor encontrado para Filtek P60 e Tetric Ceram, com valores próximos, e os menores para Ariston e Definite.

Dennison et al.¹², em 2000, realizaram um estudo para verificar o efeito do aumento da intensidade de luz seqüencial na contração de polimerização de duas resinas compostas, sendo uma híbrida (TPH Espectrum) e a outra microparticulada (Silux Plus). Verificaram também a efetividade da polimerização por meio de um teste de dureza Knoop. As amostras foram divididas em quatro grupos que receberam diferentes intensidades de luz, a saber: controle com alta intensidade de luz (100% de intensidade por 40 segundos); controle com baixa intensidade (25% de intensidade por 40 segundos); Grupo 1 (25% de intensidade por 20 segundos, 50% de intensidade por 10 segundos e 100% de intensidade por 10 segundos); Grupo 2 (25% de intensidade por 10 segundos, 50% por 10 segundos e 100% por 20 segundos). A contração de polimerização foi medida por intermédio de um linômetro possuindo as amostras de 1,5 mm a 2,0 mm de espessura. Ao se utilizar esse aparelho para o teste, os autores obtiveram resultados de contração linear e, a partir deste primeiro valor, realizaram conversão para valores que expressassem essa contração em volume. Para o teste de dureza, novas amostras foram confeccionadas em um espaço retangular de 10 mm x 6 mm x 2 mm de uma folha de material para confecção de protetores bucais, respeitando-se as intensidades e os tempos de exposição utilizados na primeira parte do experimento. Os valores obtidos para a contração de polimerização apresentaram-se com diferença estatisticamente significativa entre o Grupo de alta intensidade de luz e as outras três seqüências para as duas resinas, não havendo diferença entre elas. Os resultados do teste de dureza foram similares para o Grupo de alta intensidade e o Grupo 2. Os Grupos de baixa

intensidade e o Grupo 1 também apresentaram valores similares, mas significativamente menores.

No mesmo ano, Jandt et al.²⁰ avaliaram a profundidade de polimerização, a resistência à compressão, a irradiância e os espectros de luz emitidos por um aparelho de luz halógena (Spectrum 201R) e um LED (Nichia Chemical Industries) composto de 27 lâmpadas. A resina composta utilizada foi a TPH Spectrum (nas cores A2 e A4) que, para a realização do teste de profundidade, foi inserida em uma matriz de aço com 4 mm de diâmetro e 8 mm de espessura. Esse teste foi realizado com a ajuda de um penetômetro descrito por Harrington e Wilson em 1993. O teste de resistência à compressão foi realizado com a mesma resina (inserida em uma matriz de 4 mm de diâmetro e 6 mm de espessura) e as mesmas cores, sendo utilizada a velocidade de 1 mm/min. A irradiância e o espectro de luz emitido foram, respectivamente, 755 mW/cm² e 398 nm a 507 nm para o aparelho de luz halógena e 350 mW/cm² e 438 nm a 501 nm para o aparelho LED. O aparelho convencional apresentou profundidade de polimerização maior do que outro, sendo o resultado deste último aceitável. Não houve diferença significativa de valores para o teste de resistência flexural.

Em 2000, Kurachi et al.²⁶ também verificaram as propriedades mecânicas das resinas compostas quando polimerizadas por aparelhos LED. Em seu estudo, avaliaram a dureza Vickers da resina Z100 na superfície de base quando esta era polimerizada por aparelhos LED especialmente desenvolvidos

para este estudo com 2, 3, 4, 5 ou 6 lâmpadas pelos tempos de 40, 60, 120 ou 180 segundos. Um aparelho de luz halógena foi usado como controle, sendo o tempo de exposição utilizado para o mesmo de 40 segundos. As amostras foram confeccionadas com espessuras de 0,35 mm; 1,25 mm ou 1,8 mm. Todas as amostras em que utilizaram os aparelhos LED apresentaram valores de dureza inferiores ao das amostras polimerizadas pelo aparelho de luz halógena por 40 segundos.

Visando avaliar o efeito dos agentes iniciadores e de redução, Moin-Jan et al.²⁸, em 2000, sintetizaram um composto para verificar quais as suas melhores concentrações para evitar a lixiviação dos componentes (visto serem agressivos às células) e para atingir um adequado grau de conversão. O agente iniciador utilizado foi a canforoquinona (CQ) e os agentes de redução utilizados foram aminas terciárias mais comumente encontradas em compósitos comerciais (DMAEMA e DMPT). O composto era feito à base de UDMA e TEGDMA variando-se o sistema de iniciação/ redução (um à base de CQ/ DMAEMA e outro à base de CQ/DMPT), bem como a proporção dos mesmos (1:1 em peso na concentração de 0,3% a 0,9% em massa). Para determinar o grau de conversão, fizeram uso de FTIR avaliando os picos de absorção nas regiões de 1.650 cm^{-1} (região do C=C alifático) e de 1.730 cm^{-1} (região de pico da ligação C=O). A avaliação da lixiviação foi feita por imersão das amostras em metanol, líquido depois avaliado por espectrometria de massa cromatográfica de gás. Os maiores valores de grau de conversão ocorreram nas amostras com 0,6% e 0,7% em massa

de CQ/DMPT e de 0,5%; 0,6% e 0,7% em massa de CQ/DMAEMA. Os menores valores de lixiviação do iniciador foram de 0,6% em massa de CQ/DMPT e de 0,5% em massa para CQ/DMAEMA.

No mesmo ano, Price et al.³⁸ avaliaram a contração de polimerização e “bulk modulus” de quatro marcas comerciais de resina composta (Z100, Surefil, Pertac II e Aeliteflo), uma resina experimental sem carga e dois aparelhos de luz (um de intensidade de luz escalonada e o outro não). As amostras foram confeccionadas em um anel de vidro com 2 mm de espessura, e seu interior foi jateado e condicionado com ácido hidrofúorídrico, tendo, e em seguida, sido aplicado um agente silano. A contração de polimerização foi obtida pela medida da densidade e do volume dos anéis antes e após a inserção da resina composta em ar e água. Os resultados desses valores foram estatisticamente significantes entre a resina experimental e a resina flow e também significantes entre as resinas híbridas, experimental e flow. Entre todos os materiais testados, não houve diferença estatística de valores com relação ao uso dos aparelhos. O “bulk modulus” foi calculado utilizando-se cristais de niobato de lítio com frequência ressonante de 10 MHz, e seu resultado não apresentou diferença estatística de valores nas medidas entre todos os materiais e aparelhos com, exceção da resina Z100.

Silverstein e Webster⁴⁶, em 2000, discorreram sobre avaliação espectrométrica de compostos orgânicos utilizando espectrometria no

infravermelho. A radiação do infravermelho em frequência menor que aproximadamente 100 cm^{-1} converte-se, quando absorvida por uma molécula orgânica, em energia de rotação molecular. O processo de absorção é quantizado e apresentado numa série de linhas. Essa mesma radiação, na faixa entre 10.000 cm^{-1} e 100 cm^{-1} , quando absorvida, converte-se em energia vibracional molecular. O processo também é quantizado, mas esse espectro vibracional aparece como uma série de bandas em vez de linhas. As linhas se sobrepõem dando lugar a bandas, e são essas bandas de vibração-rotação que são utilizadas nesses estudos. A frequência ou o comprimento de onda de uma absorção depende das massas relativas dos átomos, das constantes de forças das ligações e da geometria dos átomos. A unidade de medida dessas ondas é o centímetro inverso (cm^{-1}). As intensidades das bandas são expressas em transmitância (T) ou absorbância (A), sendo a primeira fruto da relação entre a energia radiante transmitida por uma amostra e a energia radiante que nela incide. A segunda é o logaritmo decimal do inverso da transmitância ($A = \log_{10}(1/T)$). As vibrações moleculares podem ser de dois tipos: axiais e angulares. A vibração de deformação axial é um movimento rítmico ao longo da cadeia da ligação fazendo com que a distância interatômica aumente e diminua alternadamente. As vibrações de deformação angular envolvem alterações nos ângulos de ligação entre os átomos que compõem a molécula. Somente as vibrações que levam a alterações rítmicas do momento dipolo da molécula são observadas no infravermelho. Existem duas formas de observação das amostras por infravermelho: espectrômetro de infravermelho de dispersão e espectrômetro de

infravermelho por transformações de Fourier (FTIR). O método por transformações de Fourier apresenta vantagens por não usar monocromadores, permitir ganho de tempo, resoluções extremamente altas e excelentes espectros com muito pouca amostra.

Stahl et al.⁴⁷, em 2000, avaliaram o efeito do uso de aparelhos LED e de luz halógena sobre a resistência flexural e o módulo de flexão de três marcas comerciais de resina composta (TPH Spectrum, Z100 e Solitaire) nas cores A2 e A4 (para a resina Solitaire foram utilizadas as cores A2 e A3). Os materiais foram inseridos em uma matriz de aço com 25 mm x 2 mm x 2 mm e polimerizados pelos tempos de 20 ou 40 segundos sendo utilizado um aparelho LED especialmente desenvolvido para o estudo e o aparelho convencional de marca comercial Spectrum 201 R. O teste de resistência flexural foi realizado a uma velocidade de 0,75 mm/min, e, como resultado, observaram que os valores obtidos nos testes de propriedades flexurais dos materiais, entre os aparelhos, na maioria dos casos, não apresentaram diferença significativa.

Também em 2000, Yap et al.⁵⁹ avaliaram se haveria diferença nos valores de contração de polimerização de uma resina composta e de um poliácido modificado por resina quando estocados em água ou ao ar pelo período de um mês. A contração de polimerização foi medida utilizando-se sensores de deformação (strain gauge). As amostras foram obtidas inserindo-se os materiais em uma matriz de silicone com 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura apoiada sobre uma placa de vidro contendo o sensor de deformação. Os materiais foram

polimerizados com um aparelho de luz halógena pelos períodos de 20 segundos para a resina e 40 segundos para o poliácido. As medidas foram obtidas durante a polimerização e após esta a cada 0,2 minuto até 10 minutos. Em seguida, foram realizadas medidas após uma hora, um dia, três dias, uma semana, duas semanas e um mês. A polimerização dos materiais foi maior durante o uso do aparelho e continuou após isso. Quando armazenados em água, os materiais tiveram o maior valor de contração após uma hora e passaram por uma absorção da água que os levou a sofrer uma expansão pelo período de um dia a um mês. O poliácido apresentou a menor contração de polimerização.

Em 2001, Kenezevic et al.²⁵ avaliaram o grau de conversão e o aumento de temperatura de quatro marcas comerciais de resina composta (Tetric Ceram, Pertac II, Valux Plus e Degufill Mineral) quando polimerizadas por dois aparelhos de luz halógena (Heliolux GTE e Elipar Highlight) e um aparelho LED experimental constituído de 16 lâmpadas. Essas propriedades foram avaliadas utilizando-se esses aparelhos na superfície das amostras e a 1 mm de profundidade, fazendo-se uso, para isso, de um espaçador de resina composta com 1 mm de espessura sobre as amostras. O grau de conversão foi medido por espectrometria de infravermelho (FTIR), sendo o material misturado a KBr para a realização do estudo. O resultado desse teste foi obtido pelas razões equivalentes das cadeias de carbono alifática/aromática dos materiais polimerizados e não polimerizados. O aumento de temperatura gerado foi medido inserindo-se uma sonda na massa de resina composta, sendo essa alteração no valor acompanhada

durante 40 segundos de polimerização. Os maiores valores de conversão e temperatura foram observados nos materiais polimerizados com os aparelhos de luz halógena. O aumento na temperatura e o grau de conversão foram maiores nas amostras polimerizadas na superfície.

Asmussen e Peutzfeldt⁵, em 2002, realizaram um estudo para verificar a possibilidade de se alterar a contração de polimerização de resinas compostas variando-se sua composição. Os autores sintetizaram um número de resinas experimentais à base de Bis-GMA e TEGDMA, variando os iniciadores utilizados e a quantidade dos mesmos (canforoquinona, PPD e benzil), a quantidade e o tipo de co-iniciadores utilizados (DABE, DEPT e CEMA), a presença ou não e a quantidade de inibidores (MHQ) e o uso do monômero HEMA. A contração de polimerização foi medida pelo método do disco aderido. O material foi polimerizado com um aparelho de luz halógena por 20 segundos. As concentrações de iniciadores e co-iniciadores tiveram influência mínima na taxa de polimerização. Em relação à canforoquinona, os iniciadores PPD e benzil diminuíram a taxa de contração sem diminuir a contração final. O co-iniciador DEPT apresentou-se pouco efetivo. Uma quantidade maior do inibidor diminuiu a taxa de polimerização sem, no entanto, diminuir o valor final. A contração aumentou com o uso de HEMA.

O estresse de contração de polimerização foi objeto de estudo de Braga e Ferracane⁹, em 2002, quando estes autores avaliaram a influência do grau

de conversão e da velocidade de reação no desenvolvimento de tal estresse. Resinas experimentais fotopolimerizáveis à base de Bis-GMA e TEGDMA adicionadas de carga com quantidades diferentes de inibidor (0,05; 0,2; 0,5 e 1,0 em peso) foram especialmente desenvolvidas. O teste de estresse de contração foi realizado em um tensilômetro onde foi medida a força exercida pelo material durante a polimerização. O teste de grau de conversão foi realizado pelo método de espectrometria de infravermelho (FTIR), sendo a leitura feita colocando-se uma pequena quantidade de resina não polimerizada entre dois cristais de KBr e pressionada para obter uma espessura de 50 μm ; após isto, realizava-se a polimerização, e nova leitura era então feita no material. O valor do grau de conversão dos monômeros foi calculado pela mudança na razão entre a ligação C=C alifática (1.640 cm^{-1}) e da ligação C=C aromática (1.610 cm^{-1}). Os valores de contração de polimerização volumétrica foram obtidos em um dilatômetro de mercúrio. A partir desses dados chegaram à conclusão de que o estresse de polimerização está relacionado ao grau de conversão e à taxa de conversão. O uso de grandes quantidades de inibidor para reduzir a velocidade de reação é uma alternativa interessante.

Também no mesmo ano, Cehreli e Canay¹⁰ mediram o estresse de contração de polimerização em duas marcas comerciais de resina composta (Valux Plus e Filtek P60) e uma marca comercial de poliácido modificado por resina (Dyract AP) utilizando, para isso, sensores de deformação. Cinco amostras de cada material foram confeccionadas, sendo inseridas em uma matriz de

plástico transparente com 1 cm de diâmetro e 1 mm de espessura onde eram colocados os sensores. Os materiais foram polimerizados por aparelho de luz halógena, sendo a incidência feita em dois ângulos de 45° (um à esquerda e outro à direita) e em um ângulo de 90° (perpendicular) à superfície das amostras por 20 segundos cada. As velocidades de polimerização dos materiais estudados foram diferentes entre si, e a resina composta para uso em dente posterior apresentou menor contração de polimerização do que os outros materiais.

Em 2002, Chung et al.¹¹ decidiram avaliar o comportamento de polimerização e a contração volumétrica decorrentes do emprego de um monômero metacrilato tri-funcional de alto peso molecular na composição de uma resina composta. Assim, os autores sintetizaram um monômero metacrilato (TTEMA) para ser utilizado em substituição a monômeros dimetacrilatos comumente utilizados em resinas compostas. Misturas desses componentes foram desenvolvidas para os testes nas proporções de: 1- 100 wt% de Bis-GMA; 2- 60 wt% de Bis-GMA e 40 wt% de TEGDMA; 3- 100 wt% de TTEMA; 4- 60 wt% de TTEMA e 40 wt% de TEGDMA; 5- 100 wt% de TEGDMA; e 6- 100 wt% de UDMA. Foi mensurada a conversão de polimerização (calculada pela razão das áreas entre a ligação C=C alifática (1.637 cm^{-1}) e da ligação C=C aromática (1.609 cm^{-1})), a contração de polimerização utilizando a técnica de deslocamento de água e a resistência à flexão em uma máquina universal de testes. Como resultado, observaram que a resistência flexural de resinas à base de TTEMA é comparável àquelas de resina à base de Bis-GMA e que a composição TTEMA/

TEGDMA apresentou uma contração de polimerização 10% menor comparável com a formulação tradicional à base de Bis-GMA/TEGDMA.

Em 2002, Fan et al.¹⁴ mediram a profundidade de polimerização de cinco marcas comerciais (não especificadas pelos autores) disponíveis nos EUA em diferentes cores segundo a especificação 10.650 da ISO. A instituição determina o uso de um cilindro de metal com 4 mm de diâmetro e 6 mm de profundidade apoiado sobre uma lâmina de vidro e tendo suas extremidades cobertas por tiras de poliéster, após o que a polimerização é executada, a resina composta removida da matriz metálica e a porção não polimerizada do material removida com a ajuda de uma espátula metálica. Para a instituição, profundidade de polimerização é definida como 50% do comprimento da amostra após a remoção da parte não polimerizada cujo comprimento final das partes não deve ser inferior a 1,5 mm. Como resultado de seu experimento, os autores observam que, a uma intensidade de luz de 300 mW/cm² em um espectro de luz de 400 nm a 515 nm, das cinco marcas testadas divididas em 21 grupos, 13 apresentaram resultados satisfatórios segundo o teste da ISO quando polimerizados segundo a indicação do fabricante. Os 7 grupos restantes apresentaram resultados satisfatórios quando polimerizados o dobro do tempo indicado pelo fabricante. Assim, para os autores, um aparelho com intensidade de luz de 300 mW/cm² polimerizará eficazmente a maioria das cores de resinas compostas de acordo com o tempo indicado pelo fabricante, mas algumas poderão exigir um aumento desse tempo.

Também em 2002, Halvorson et al.¹⁶ avaliaram a dependência da energia na conversão de compósitos e na reciprocidade da densidade de energia pelo tempo de exposição. Para isso utilizaram quatro marcas comerciais de resina composta (Heliomolar, Silux Plus, Herculite XRV e Z100) e um aparelho de luz halógena (XL 3000). O grau de conversão foi medido por espectrometria de infravermelho (FTIR), sendo utilizados os picos de absorção da ligação C=C alifática (1.638 cm^{-1}) e da ligação C=C aromática (1.582 cm^{-1}). Os materiais foram polimerizados por 30 segundos e as medições realizadas após 5 minutos e 24 horas da polimerização. As resinas Herculite XRV e Z100 foram utilizadas para a verificação da reciprocidade da densidade de energia pelo tempo (dose) de exposição, tendo sido polimerizadas em diferentes intensidades de luz (3931 mJ/cm^2 , 1724 mJ/cm^2 , 314 mJ/cm^2 e 69 mJ/cm^2) e tempos de exposição, mas sempre com a mesma dose de energia. Há uma diminuição gradual na velocidade de conversão dos materiais à medida que aumenta a energia; entretanto, há diferenças no grau máximo de conversão dos materiais após 24 horas de polimerização. A conversão foi similar quando doses equivalentes foram utilizadas, demonstrando reciprocidade entre irradiância e tempo de exposição.

Para avaliar o efeito da contração de polimerização em função da intensidade de luz utilizada, Hofmann et al.¹⁷, em 2002, realizaram um estudo com o intuito de avaliar a dureza superficial e a infiltração marginal em restaurações de cavidade classe V. Para a realização do teste de dureza Vickers, foram confeccionadas amostras de 2 mm de espessura e polimerizadas com um

aparelho de baixa intensidade (250 mW/cm^2) por períodos de 20, 40 e 60 segundos. Também foi utilizado um aparelho de alta intensidade (600 mW/cm^2) pelos mesmos períodos de tempo em contato com a superfície da resina e a uma distância de 10 cm. As medidas foram então realizadas em intervalos de 1, 3 e 24 horas. Para a infiltração marginal, foram confeccionadas restaurações de classe V (com dimensões de 5 mm x 3 mm x 2 mm) em 60 molares humanos recém-extraídos e restaurados utilizando os aparelhos da primeira parte do experimento em três protocolos diferentes: 1- irradiação direta no centro da cavidade em contato com a superfície da restauração por 40 segundos; 2- irradiação a distância com a fonte afastada 10 mm da superfície por 40 segundos; 3- irradiação iniciando abaixo da parede cervical do preparo e movendo-se em direção à parede coronária por um período de 20 segundos, após o qual, nessa posição, era irradiado por mais um período de 30 segundos. Inicialmente os valores de dureza foram maiores para as amostras realizadas com alta e baixa intensidade, sem distância, por 60 segundos, mas, ao final das 24 horas, todos tenderam a aumentar esses valores, não havendo mais diferença estatística entre os resultados. A infiltração marginal foi maior nas cavidades restauradas utilizando alta intensidade em comparação com a realizada em baixa. Para ambos os aparelhos, quando a polimerização iniciou-se pela parede cervical, os resultados de infiltração foram maiores.

Hofmann et al.¹⁸, no mesmo ano, avaliaram a contração de polimerização, o aumento da temperatura gerado e a dureza superficial de três

marcas comerciais diferentes de resina composta (Herculite XRV, Filtek Z250 e Definite) utilizando um aparelho de luz halógena (Elipar Trilight) e dois aparelhos LED (Elipar Freelight e Lunomax AP), apresentando estes últimos diferentes irradiâncias: 320 mW/cm^2 e 160 mW/cm^2 respectivamente. Os aparelhos Elipar, por permitirem, foram utilizados fornecendo intensidade de luz contínua e em rampa. A contração de polimerização foi medida inserindo-se a resina entre uma lâmina de vidro para microscópio e uma lamínula, tendo as alterações ocorridas durante a contração sido acompanhadas por um transdutor indutivo de deslocamento posicionado sobre a lamínula. A alteração da temperatura foi medida por uma sonda presente no interior da massa do material. A dureza superficial foi medida, em amostras especialmente confeccionadas com 1,6 mm de espessura, em um aparelho de dureza Knoop. As resinas Herculite XRV e Filtek Z250 apresentaram valores de dureza superficial similares quando do uso dos aparelhos de luz halógena e LED de alta irradiância, enquanto a resina Definite apresentou valores menores para os aparelhos LED. Os aparelhos LED apresentaram valores de aumento de temperatura menores. A polimerização em rampa diminuiu a velocidade da contração sem, no entanto, alterar os valores finais.

Mills et al.²⁷, em 2002, realizaram um estudo para avaliar a dureza Barcol e a resistência à compressão de uma marca comercial de resina composta nas cores A2 e A4 (TPH Spectrum) quando polimerizada por um aparelho de luz halógena e três aparelhos LED, sendo um comercial com sete lâmpadas

(Luxomax), e dois experimentais com 27 e 54 lâmpadas (o que lhes garante valores de irradiância maiores do que os do primeiro). Para o teste de dureza, o material foi inserido em uma matriz de 6 mm de espessura e polimerizado pelos tempos de 10 e 40 segundos, sendo as medidas realizadas do topo à base a cada 1 mm. O teste de resistência à compressão foi realizado em uma máquina universal de ensaios à velocidade de 1 mm/ min. Para esse teste, a resina foi inserida em uma matriz de 4 mm de diâmetro e 6 mm de espessura e polimerizada por 20 segundos. Os aparelhos LED protótipos e de luz halógena apresentaram valores satisfatórios e similares de dureza e valores similares de resistência à compressão.

No mesmo ano, Obici et al.³² avaliaram o efeito da intensidade de luz na contração de polimerização de diferentes marcas comerciais de resina (Alert, Surefil, Filtek P60, Z100, Filtek Z250, Definite e Flow-it). Nesse estudo, os autores avaliaram a formação de fenda (em microscópio eletrônico de varredura de pressão variável) entre os materiais testados e a matriz onde foram confeccionados utilizando três técnicas de polimerização com aparelhos de luz halógena: intensidade contínua, intensidade escalonada, intensidade intermitente. Na primeira, a ponta do aparelho foi posicionada em contato com a superfície da matriz; na segunda a ponta foi primeiramente posicionada a 1,5 cm da superfície da matriz por 10 segundos, sendo depois trazida em contato com a mesma por 30 segundos; e, na última técnica, foi utilizado um aparelho especialmente desenvolvido que, por um período de metade de um segundo, fornece luz, não a

fornecendo na outra metade em um tempo total de exposição de 60 segundos. As amostras foram avaliadas nas superfícies de topo e base das matrizes, possuindo estas 2 mm de espessura. Os maiores valores de fenda foram encontrados para a resina Flow-it. As maiores medidas foram observadas mais nas superfícies de topo do que na base. As resinas Z100 e Definite apresentaram valores intermediários, e os menores foram encontrados nas resinas Alert, Surefil, Filtek P60 e Filtek Z250. A técnica de intensidade contínua apresentou os maiores valores, enquanto as outras duas mostraram efetividade em reduzir a contração.

Tarle et al.⁴⁹, em 2002, decidiram avaliar o efeito de outros aparelhos de luz no processo de cura de resinas compostas à base Bis-GMA. Os aparelhos testados foram um aparelho diodo emissor de luz (LED) constituído de três lâmpadas (intensidade de 9 mW/cm²), um aparelho de arco de plasma (1.370 mW/cm²) e um de luz halógena (560 mW/cm²). Os testes realizados foram de grau de conversão dos monômeros das resinas compostas (marcas comerciais utilizadas: Filtek Z250, Tetric Ceram e Pertac II) e aumento de temperatura no interior da massa. Os aparelhos de LED e luz halógena foram usados nos tempos de 20 e 40 segundos, o arco de plasma foi usado nos períodos de 1, 2, 3, 5, 10, 15 e 20 segundos. As amostras foram confeccionadas de forma a existirem dois grupos, um representando o topo da polimerização e outro representando uma superfície 2 mm abaixo da superfície. A quantidade de monômeros residuais foi medida por espectrometria de infravermelho (FTIR) e calculada pela mudança na razão entre a ligação C=C alifática (1.640 cm⁻¹) e a ligação C=C aromática

(1.610 cm^{-1}) antes e depois da polimerização, estando os materiais misturados a brometo de potássio. As alterações térmicas foram medidas com o uso de um sensor, conectado a um computador, inserido no interior da massa de compósito, sendo as alterações registradas. Os maiores resultados de conversão ocorreram quando o aparelho de luz halógena foi utilizado, enquanto o aumento de temperatura foi significativamente menor nos outros dois.

Ainda avaliando a influência dos aparelhos de luz halógena sobre as propriedades dos materiais, Yap et al.⁵⁸, em 2002, avaliaram o efeito de diversas técnicas de polimerização na contração de polimerização da resina Z100 na cor A2. A contração foi medida utilizando-se sensores de deformação (strain gauge) durante a polimerização do material e, após esta, pelos períodos de 0, 1, 10, 30 e 60 minutos. As técnicas utilizadas foram: 1- controle: irradiação a 400 mW/cm^2 por 40 segundos; 2- pulso tardio I: 100 mW/cm^2 por 3 segundos seguido de um tempo de espera de 3 minutos e uma final a 500 mW/cm^2 por 30 segundos; 3- pulso tardio II: parecida com a anterior, mas com uma energia inicial da ordem de 200 mW/cm^2 por 20 segundos; 4- soft-start: inicia-se a uma baixa intensidade (200 mW/cm^2) por 20 segundos que é imediatamente seguida de uma cura final a 600 mW/cm^2 por 30 segundos; 5- pulso de cura I: uso de dois pulsos de 10 segundos a 400 mW/cm^2 e um pulso de 20 segundos a 400 mW/cm^2 com intervalos de 10 segundos entre eles; e 6- pulso de cura II: dois pulsos de 20 segundos a 400 mW/cm^2 com intervalo de 20 segundos entre eles. A resina era inserida em uma matriz de teflon com 5 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade

e polimerizada de acordo com o descrito anteriormente. Os menores valores de contração em todos os tempos foram encontrados para a Técnica 2. Não houve diferença significativa entre os valores de contração após a polimerização entre as Técnicas 1, 3, 4, 5 e 6.

Yoon et al.⁶⁰, em 2002, realizaram um estudo para verificar a profundidade de polimerização (1 mm, 2 mm, 3 mm e 4 mm) de três marcas comerciais de resina composta (Revolution, Surefil e Filtek Z250) variando os aparelhos (luz halógena, LED e arco de plasma) e os tempos de exposição à luz (para que os aparelhos emitissem a mesma quantidade de energia (8 J/cm^2)). Dessa forma, foram utilizados os tempos de 20 e 40 segundos para as unidades de luz halógena e LED e de 5 e 10 segundos para a unidade de arco de plasma. Para a construção do aparelho LED, foram utilizadas 37 lâmpadas concêntricas. A medida da profundidade de polimerização foi feita dividindo-se os cilindros de resina composta polimerizada em quatro discos de 1 mm de espessura cada e realizada espectrometria de infravermelho (FTIR) nas bandas de absorção da ligação C=C alifática (1.636 cm^{-1}) e nas da ligação C=C aromática (1.609 cm^{-1}). A leitura foi feita colocando-se uma pequena quantidade de resina não polimerizada entre dois cristais de KBr e pressionada para obter uma espessura de $50 \mu\text{m}$. Realizava-se a polimerização e nova leitura era então feita no material. O valor do grau de conversão dos monômeros foi calculado pela mudança na razão entre a ligação C=C alifática e a ligação C=C aromática antes e depois da cura. Como resultado, observaram que o grau de conversão a 1 mm de profundidade

diminui na seguinte ordem: Revolution, Filtek Z250 e Surefil. O grau de conversão das duas primeiras apresentou moderada correlação inversa com a profundidade, enquanto a última apresentou alta correlação inversa. Quando a intensidade de energia foi a mesma, não houve diferença de valores para os três aparelhos.

Em 2003, Amore et al.² avaliaram a contração de polimerização volumétrica de três marcas comerciais de resina composta (Filtek P60, Prodigy condensável e Surefil, respectivamente nas cores A3, A3 e A) com um picnômetro a gás hélio. Os materiais foram inseridos em uma matriz que possuía um dispositivo que permitia o posicionamento da fonte de luz a uma distância de 2 mm e 10 mm da superfície da resina. As resinas eram inseridas na matriz em uma quantidade fixa de massa (47 mg) para garantir uma correta leitura dos espécimes, sendo estes polimerizados por um aparelho de luz halógena com intensidade de luz de 600 mW/cm^2 . Para a mensuração da contração, os espécimes foram levados ao picnômetro a gás antes e após a polimerização dentro da matriz, sendo a medida final obtida a partir desses resultados e mais uma medida realizada após a remoção do espécime da matriz. Não houve diferença significativa de valores quando avaliados os materiais usados nem o tempo de exposição à luz.

Barink et al.⁶, em 2003, avaliaram se o método de elementos finitos pode ser utilizado para simular o estresse gerado durante a contração de polimerização, como esse estresse se comporta durante a polimerização e se o

estresse de polimerização causa falha imediata da restauração. Foi desenvolvido em software específico o desenho de um pré-molar humano com a perda de uma cúspide, cuja reposição foi planejada com uma restauração de resina composta. Ao final, os autores verificaram que o método pode ser utilizado para o estudo em questão, o estresse aumenta rapidamente durante a polimerização e diminui na fase de pós-polimerização. O risco de falha é maior na interface entre o dente e o material restaurador do que na massa de material. O relaxamento do estresse pelo material restaurador foi menor em áreas de superfície irregular, como as utilizadas para reter o material na cavidade, e, como o estresse vai diminuindo à medida que o tempo de pós-polimerização transcorre, seria melhor limitar a carga mastigatória sobre a restauração durante as primeiras horas.

Emami et al.¹³, em 2003, realizaram um estudo para verificar a influência da densidade de energia fornecida a compósitos para a sua polimerização por meio de testes de contração de polimerização elástica, aumento na temperatura, contração de polimerização volumétrica, módulo de elasticidade e grau de conversão. Para isso foram utilizadas as resinas Z100 e Flitek Z250 e o aparelho de luz halógena Elipar Trilight nas intensidades de 800 mW/cm² por 35 segundos, 450 mW/cm² por 50 segundos e 200 mW/cm² por 140 segundos. A contração de polimerização elástica foi medida inserindo-se a resina em uma matriz de aço jateada que possuía sua superfície interna recoberta de um agente de silanização e estava apoiada sobre um sensor de “strain gauge”. O aumento na temperatura foi medido inserindo-se um termômetro no terço superior de amostras

com medidas similares às do teste anterior. A contração de polimerização volumétrica foi medida pela densidade em água dos materiais antes e após a polimerização. Para o teste de módulo de elasticidade, barras dos materiais foram confeccionadas nas medidas de $8 \text{ mm}^3 \times 1 \text{ mm}^3 \times 50 \text{ mm}^3$ e $16 \text{ mm}^3 \times 1 \text{ mm}^3 \times 50 \text{ mm}^3$ e submetidas a uma taxa de tensão de 1%/min, e o grau de conversão foi medido por espectrometria de Raman. O estresse de polimerização diminuiu significativamente quando utilizada a intensidade de 200 mW/cm^2 , o aumento na temperatura foi significativamente diferente entre os materiais e as intensidades de exposição, a diminuição na intensidade de luz não diminuiu significativamente o grau de conversão, e o módulo de elasticidade e a contração volumétrica não apresentaram valores diferentes entre os grupos de intensidade de luz.

Também em 2003, Kim e Chung²¹ realizaram testes para medir o grau de conversão, a contração de polimerização, o ângulo de contato de um líquido com a superfície dos materiais, a sorção e solubilidade em água, e a resistência à flexão de monômeros metacrilatos trifuncionais sintetizados por eles. Os autores sintetizaram os monômeros THMPE e THMPM (metacrilatos trifuncionais) e realizaram os testes comparando com Bis-GMA e compostos acetilados dos monômeros trifuncionais. A conversão de polimerização foi medida por espectrometria de infravermelho (FTIR), e as amostras foram preparadas em forma de pastilhas de KBr, sendo utilizados os picos de absorção da ligação C=C alifática (1.634 cm^{-1}) e da ligação C=C aromática (1.608 cm^{-1}). A contração de polimerização foi medida tomando-se por base a densidade dos

materiais antes e após a polimerização. O ângulo de contato de líquido foi medido com um goniômetro de ângulo de contato avaliando-se a água destilada colocada sobre a superfície dos compósitos. A sorção e solubilidade em água foram medidas pela diferença em massa dos materiais quando mantidos imersos em água destilada e, após isso, secos a 37° C. As medidas de resistência flexural foram realizadas em uma máquina universal de testes à velocidade de 0,75 mm/min. Como resultado, os autores obtiveram que a acetilação de grupamentos hidroxílicos parece ser um meio efetivo para diminuir a contração de polimerização, sorção e solubilidade em água. Os compósitos à base de THMPM e THMPE acetilados apresentaram menores valores de contração de polimerização, sorção e solubilidade em água do que os compósitos à base de Bis-GMA e valores aproximados de conversão e resistência flexural.

Baseados na idéia de que o estresse de contração de polimerização é que prejudica o selamento marginal e causa outros problemas e, ainda, que é gerado em função de uma rápida contração dos materiais, Palin et al.³³, em 2003, decidiram avaliar uma nova composição química de constituição dos materiais resinosos à base de oxirano. Os autores executaram testes comparativos entre esse material experimental e duas marcas comerciais com características de composição também diferentes: Z100 (Bis-GMA, TEGDMA e UDMA) e Filtek Z250 (Bis-GMA, Bis-EMA, TEGDMA e UDMA). Foram realizados testes de espectrometria de infravermelho (FTIR) para medição do monômero residual utilizando os picos de absorbância nas regiões de 1.635 cm^{-1} (região do C=C

alifático) e de 1.608 cm^{-1} (região de pico da ligação C=C aromático) para as resinas Z100 e Filtek Z250; para a resina à base de oxirano, o pico de absorvância utilizado foi o que se encontrava nas regiões de 807 cm^{-1} e 913 cm^{-1} e de 1.608 cm^{-1} (região de pico da ligação C=C aromático). As amostras foram obtidas misturando-se nove partes em peso de pó de brometo de potássio (KBr) para cada uma de resina composta. O valor do grau de conversão dos monômeros foi calculado pela mudança na razão entre monômeros e polímeros. Também foram realizados testes de resistência flexural biaxial em associação com módulo de Weibull. Todos os materiais foram avaliados após sua polimerização por um período de 0,1; 0,5; 1; 4; 24 e 48 horas. Ao final, os autores verificaram que: o teste de FTIR é eficiente para o estudo de materiais à base de oxirano; o grau de conversão desse material até a primeira hora após a cura foi significativamente menor do que dos outros dois; o teste de resistência flexural do oxirano torna seu uso clínico impraticável na cavidade oral ante as forças mastigatórias a que estará sujeito.

Também em 2003, Sharp et al.⁴⁵ testaram um método para medir contração volumétrica de compósitos utilizando vídeo-imagem. Os autores recorreram a essa alternativa tentando evitar os problemas normalmente inerentes ao uso de dilatômetros de mercúrio ou água, aos resultados obtidos a partir do grau de conversão e às medidas da contração linear. Assim, utilizaram um aparelho de vídeo-imagem (Acuvol, Bisco, Inc.) que captura e analisa imagens da amostra utilizando-se de uma câmera preto-e-branco, modelo Sony XC-75-X,

com lentes macro de 45 mm e abertura de 1,0 cm. Os lados esquerdo e direito da amostra são iluminados por LEDs vermelhos, a imagem gerada é digitalizada e analisada no computador, cujo software foi escrito em C++ para Windows 95. As medidas podem ser realizadas vasculhando-se toda a área da amostra, ponto por ponto em 360° (Multi-view) ou por uma única imagem gerada pela câmera (Single-view). No estudo foi feita uma comparação entre os resultados obtidos pelo método de vídeo-imagem e pelo uso de um dilatômetro de mercúrio utilizando-se, para isso, quatro marcas comerciais de resina composta (Z100, Herculite XRV, Aeliteflo e Heliomolar) e duas resinas fotoativadas experimentais. Os métodos de Multi-view e Single-view não apresentaram diferenças entre si e apresentaram resultados comparáveis às medições feitas com o dilatômetro.

Também em 2003, Teshima et al.⁵⁰ avaliaram a eficiência de aparelhos LED e de luz halógena quantificando a geração de radicais livres durante a polimerização. Os aparelhos utilizados foram Luxomax (com 7 LEDs), XL 3000 e Optilux 501 (ambos com lâmpada halógena). Os autores desenvolveram um número de materiais experimentais variando a amina utilizada nas suas composições (DMPT e DMAEMA), bem como suas concentrações, e, para quantificar a geração de radicais livres, os autores fizeram uso de espectrometria de ressonância do elétron na camada de valência “spin” (ESR). Como resultado têm que a energia necessária para gerar radicais livres utilizando o LED é menor do que para o outro aparelho.

Uhl et al.⁵³, em 2003, avaliaram a temperatura de polimerização gerada por aparelhos LED, a influência da cor da resina composta no aumento dessa temperatura, se a técnica de polimerização soft-start diminui a temperatura de polimerização e se câmeras infravermelhas de alta resolução (HRIR) são capazes de gerar imagens diferentes quando do uso de resinas, cores e aparelhos diferentes. Foram utilizados dois aparelhos LED (LED 63 e Freelight) e dois convencionais (Translux e Trilight) e três marcas comerciais de resinas compostas (Z100, Durafill VS, e Solitaire 2) em cores diferentes (A2 e A4). O aparelho LED 63 trata-se de um aparelho experimental. A temperatura gerada durante a contração foi medida pela inserção da resina em uma matriz de politetrafluoretileno (PTFE) com 2 mm de profundidade, estando a sonda de medição na sua parte inferior. A temperatura medida pela câmera foi determinada também em uma matriz de PTFE com 2 mm x 4 mm x 5 mm. A ponta dos aparelhos fotopolimerizadores foi posicionada perpendicular à câmera e à matriz, sendo os resultados armazenados no computador pelo software que a acompanha. O estudo mostra que a câmera HRIR pode ser utilizada para visualizar a propagação de temperatura em pequenas amostras, os aparelhos de LED geram menor desenvolvimento de calor quando da polimerização de resinas compostas e a técnica soft-start leva a menor produção de calor do que a convencional.

Nesse mesmo ano, Uhl et al.⁵² também realizaram um estudo para avaliar a dureza superficial de topo e base de compósitos polimerizados por aparelhos LED e halógenos, a profundidade de polimerização e a velocidade da

mesma. Também foi avaliado o efeito mecânico que um aparelho de luz halógena causa quando utilizado no modo soft-start. Quatro marcas comerciais de resina foram utilizadas (Z100, TPH Spectrum, Definite, e Solitare 2), além de dois aparelhos LED (Freelight e LED 63) e um aparelho convencional (Trilight Elipar). Cabe ressaltar que as resinas Definite e Solitare 2 possuem co-iniciadores em um espectro de absorção de luz diferente da canforoquinona para atuarem em sinergismo junto a esta no início da polimerização, e estão aqui sendo usados para verificar o efeito dessa composição quando utilizando aparelhos LED. Para o teste de profundidade, todos os aparelhos foram utilizados nos tempos de 5, 10, 20 e 40 segundos. O material foi inserido em uma matriz de aço com 4 mm de diâmetro e 8 mm de profundidade, sendo a leitura realizada com o uso de um penetômetro. O teste de dureza Knoop foi realizado com a resina sendo inserida em uma matriz de PTFE com 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade. Os tempos de utilização dos aparelhos foram os mesmos da primeira fase do estudo. A profundidade de polimerização quando do uso do aparelho Trilight no modo padrão foi maior quando comparada com os resultados de todos os outros aparelhos e técnicas. O aparelho experimental LED 63 apresentou maiores valores de profundidade de polimerização do que o aparelho comercial. Os valores do teste de dureza foram menores para os aparelhos LED quando foram utilizadas as resinas com co-iniciadores na composição.

Bennett e Watts⁷, em 2004, avaliaram o espectro de emissão de luz, a irradiância e a profundidade de polimerização variando a distância e o tempo de

exposição de três aparelhos, sendo um de luz halógena (Optilux 501) e dois aparelhos LED (Elipar Freelight 1 e Ultralume 2). Os aparelhos foram testados com as pontas emissoras de luz posicionadas às distâncias de 0 mm, 4 mm e 8 mm e pelos tempos de exposição de 10, 20 e 40 segundos. Foram utilizadas as resinas Tetric Ceram na cor A3, Tetric Ceram HB também na cor A3 e Tetric Ceram Bleach na cor L, e, para o último material em questão, o teste foi realizado apenas com a ponta do aparelho em contato com a superfície do mesmo. Para a mensuração do espectro de emissão de luz e a irradiância, utilizaram um espectrômetro e, para a avaliação da profundidade de polimerização um penetômetro, foi inserido no interior da massa de resina polimerizada em uma matriz de aço pintada de cinza com 4 mm de diâmetro e 6 mm de espessura. O aparelho de Optilux 501 (QTH) apresentou pico de emissão de luz em 495,2 nm e irradiância de 334,2 mW/cm², enquanto o aparelho Elipar Freelight 1 (LED-1) apresentou, respectivamente, valores de 468,4 nm e 259,2 mW/cm², e o aparelho Ultralume 2 (LED-2) apresentou valores de 458,2 nm e 308,1 mW/cm². Houve diferença estatística de resultados na profundidade de polimerização, sendo os maiores valores encontrados para o aparelho QTH e os menores para LED-2. A profundidade de polimerização apresentou valores menores à medida que se afastava a fonte de luz e valores maiores à medida que se aumentava o tempo de exposição.

Medindo o estresse de contração de polimerização, Kim e Watts²², em 2004, avaliaram essa propriedade em materiais poliméricos para a restauração

temporária de preparos para coroas totais (Protemp, Temphase, Luxatemp e Trim) às temperaturas de 23° C e 37° C. Para fazer essa aferição, os autores utilizaram um disco de alumínio (16 mm de diâmetro interno e 1 mm de espessura) fixado em uma placa de vidro, onde eram vertidos os materiais após a manipulação de acordo com as indicações dos fabricantes. Sobre esse disco era então posicionada uma lamínula de 1 mm de espessura. A ponta de um aparelho transformador de descolamento linear variável (LVDT, GT 2000, RDP Electronics Ltda.) foi posicionada sobre o topo e no centro do conjunto, sendo as alterações registradas em um computador pelo período de 5, 10 e 120 minutos. Foram obtidos valores de contração em rede (quantidade de contração do início ao fim) e de contração total (soma da contração em rede e da expansão térmica). A maior parte da contração ocorreu nos primeiros 10 minutos e o aumento da temperatura levou ao aumento da velocidade da contração, não aumentando a magnitude. Os autores indicaram o método para medir contração de polimerização de outros materiais poliméricos.

Também em 2004, Kleverlaan e de Gee²⁴ avaliaram o espectro de emissão de luz, a dureza superficial de topo e base, a profundidade de polimerização e a geração de calor de três marcas comerciais de resina composta (InTen-S, Tetric Ceram e Filtek Z250) quando utilizados dois aparelhos de luz halógena de alta intensidade (Astralis 10 e Optilux 501). O espectro de emissão de luz dos aparelhos foi medido com o auxílio de um espectrofotômetro. A análise da dureza superficial de topo e base foi realizada em um aparelho de Dureza Vickers com uma carga 98 N por 15 segundos. A profundidade de polimerização foi

medida segundo a norma 4.049 da ISO, e para a remoção da resina não polimerizada, em vez do uso de uma espátula de metal, foi utilizada a imersão do material em acetona para a medida das alterações de polimerização, foi confeccionada uma matriz em gesso que possuía um termômetro inserido no seu interior. Embora as diferenças fossem pequenas, as superfícies das resinas apresentaram valores estatisticamente maiores quando utilizado o aparelho Optilux 501. Não houve diferença significativa na profundidade de polimerização entre os aparelhos, embora esse resultado seja diferente entre os materiais utilizados. O aparelho Optilux 501 apresentou menores valores de elevação da temperatura e os dois aparelhos apresentaram espectros de emissão de luz típicos de aparelhos de luz halógena.

Para avaliar o efeito do uso de diferentes fontes de luz e métodos de polimerização de compósitos, Moon et al.²⁹, em 2004, realizaram testes para verificar a quantidade de monômeros não reagidos pela técnica de HLPC e de dureza superficial de topo e base de uma marca comercial de resina composta (Filtek Z250) quando polimerizada por aparelhos de luz halógena, LED e arco de plasma em diferentes métodos: I - método de irradiação contínua com um passo - aparelho de arco de plasma utilizado à 1.370 mW/cm^2 por 3 (P3), 6 (P6), 9 (P9), ou 12 segundos (P12); aparelho de luz halógena utilizado com as intensidades de 260 mW/cm^2 (H3), 340 mW/cm^2 (H4), 420 mW/cm^2 (H5) ou 530 mW/cm^2 (H6) por 40 segundos; aparelho LED (experimental com 37 LEDs) utilizado com as intensidades de 300 mW/cm^2 (L3), 400 mW/cm^2 (L4), ou 500 mW/cm^2 (L5)

também por 40 segundos; II - método de irradiação descontínua com dois passos - aparelho de luz halógena utilizado com a intensidade de 100 mW/cm^2 por 10 segundos, seguido do uso de intensidade a 530 mW/cm^2 por 30 segundos (H1); aparelho LED utilizado com a intensidade de 100 mW/cm^2 por 10 segundos, seguido do uso de intensidade a 500 mW/cm^2 por 30 segundos (L1); aparelho de luz halógena utilizado com a intensidade de 180 mW/cm^2 por 10 segundos, seguido do uso de intensidade a 530 mW/cm^2 por 30 segundos (H2); aparelho LED utilizado com a intensidade de 200 mW/cm^2 por 10 segundos, seguido do uso de intensidade a 500 mW/cm^2 por 30 segundos (L2); III - método de irradiação por pulso - aparelho de luz halógena utilizado com a intensidade de 180 mW/cm^2 por 3 segundos, seguido de um tempo de espera de 2 minutos, sendo novamente polimerizado à intensidade de 530 mW/cm^2 por 30 segundos (HP); aparelho LED utilizado com a intensidade de 200 mW/cm^2 por 3 segundos, seguido de um tempo de espera de 2 minutos, sendo novamente polimerizado à intensidade de 500 mW/cm^2 por 30 segundos (LP). O teste de HLPC foi realizado imergindo-se as amostras em etanol a 99,99% por sete dias e, após isto, avaliando-se a quantidade de monômeros presentes no líquido. O teste de dureza Vickers foi realizado no topo e na base das amostras imediatamente após a polimerização e sete dias após a mesma. Quando a potência dos aparelhos foi menor do que 17 J/cm^2 , houve diferença de valores de dureza e de quantidade de monômeros liberados pelas amostras entre todos os aparelhos e métodos de polimerização. Quando a potência foi maior do que esse valor, os resultados entre os aparelhos e métodos não foram diferentes. A eficiência dos métodos de polimerização foi

diferente na seguinte ordem: irradiação contínua com um passo > irradiação descontínua com dois passos > irradiação por pulso.

Em 2004, Peutzfeldt e Asmussen³⁵ realizaram um estudo para verificar a contração de polimerização, o escoamento, a resistência à flexão, a resistência adesiva e a formação de fenda na interface da restauração após a polimerização de 11 marcas comerciais de resina composta: Charisma, Definite, Flowline, Hytac, Pertac II, Prodigy, Prodigy Condensable, Revolution, Solitaire 2, Tetric Ceram, e Tetric Flow. Os materiais foram polimerizados com aparelho de luz halógena XL 3000. A contração de polimerização foi medida pelo método do disco aderido, sendo acompanhada por um período de 20 minutos. O escoamento dos materiais foi medido colocando-se uma quantidade fixa de resina entre dois blocos de vidro e aplicada uma carga de 20 N por 60 segundos. A resistência à flexão foi medida em uma máquina universal de testes à velocidade de 0,75 mm/min, possuindo as amostras a medida de 25 mm x 2 mm x 2 mm. A resistência adesiva também foi medida em uma máquina universal de testes à velocidade de 1 mm/min, sendo as restaurações confeccionadas na superfície dentinária de molares humanos recém-extraídos. A formação de fenda na interface das restaurações foi medida após a execução das mesmas também na superfície dentinária de molares humanos recém-extraídos, sendo essa avaliação executada em um microscópio com aumento de 520x. Foram encontradas diferenças nos valores para todos os materiais testados. Há uma correlação entre os resultados de contração de polimerização, escoamento dos materiais e formação de fenda.

Em 2004, Rahiotis et al.³⁹ estudaram a eficácia de três aparelhos disponíveis no mercado para a polimerização de compósitos (Virtuoso, Elipar Trilght e Elipar Freelight). O aparelho Virtuoso é um aparelho que funciona à base de Arco de plasma e o aparelho Freelight funciona à base de LEDs. Os aparelhos Elipar foram utilizados nos modos de exposição contínua e exponencial pelo período de 40 segundos, enquanto o aparelho Virtuoso, pela sua alta intensidade (2.049 mW/cm^2), foi utilizado pelo período de 7 segundos. Foram avaliados o grau de conversão, a contração de polimerização linear, o efeito da contração de polimerização na adaptação marginal e a profundidade de polimerização da resina TPH na cor A2 quando da utilização desses aparelhos no processo de polimerização. O grau de conversão foi medido por espectrometria de infravermelho (FTIR) nas bandas vibracionais das ligações C=C alifática e C=C aromática. A contração de polimerização linear foi medida pela técnica do disco deflectivo de Watts e Cash. O efeito da contração na adaptação marginal foi medido inserindo-se o material em uma cavidade de forma cilíndrica, preparada em dentes humanos na superfície da dentina, sem nenhum tratamento prévio com sistema adesivo. Após a polimerização, a adaptação foi avaliada em um microscópio metalográfico em magnificação de 50X. A profundidade de polimerização do material foi obtida por teste de dureza Vickers a profundidades de 0 mm, 2 mm e 4 mm. Os aparelhos de arco de plasma e LED apresentaram os menores valores de conversão e contração linear. O aparelho Virtuoso apresentou os maiores valores de fenda na adaptação à margem e o aparelho de luz halógena,

operando no modo exponencial, resultou em maiores valores de profundidade de polimerização.

Sakaguchi et al.⁴³, em 2004, realizaram um estudo para verificar a relação entre a força de contração de polimerização e a intensidade de energia para a polimerização. Uma resina composta à base de Bis-GMA e TEGDMA (na proporção de 1/1) foi sintetizada e polimerizada pelas intensidades de 100 mW/cm², 200 mW/cm², 300 mW/cm², 400 mW/cm², 500 mW/cm² e 600 mW/cm², sempre pelo tempo de 60 segundos. Para verificar o efeito da técnica do pulso tardio, um grupo foi polimerizado primeiramente a 300 mW/cm² por 2 segundos, seguido de um tempo de espera de 5 minutos, sendo então novamente polimerizado a 600 mW/cm² por 10 segundos. A força de contração foi medida em um aparato ligado a uma célula de carga que registrava os valores à medida que a resina ia polimerizando-se. Como resultado, obtiveram que a força de contração aumenta rapidamente assim que se inicia a ativação. A força resultante da técnica de pulso tardio foi diferente da força de todas as outras técnicas. A força resultante do uso da intensidade a 600 mW/cm² foi diferente de todos os outros resultados e a intensidade a 600 mW/cm² apresentou resultados diferentes quando do uso das intensidades de 100 mW/cm² e 200 mW/cm².

Também em 2004, Sakaguchi et al.⁴⁴ analisaram os resultados de contração de polimerização de uma resina composta experimental à base Bis-GMA e TEGDMA quando utilizados quatro métodos diferentes: dilatômetro de

mercúrio, técnica do disco aderido modificada, strain gauge e método do analisador termomecânico (TMA). Além disso, também foi avaliado o grau de limitação da contração a que esse material foi submetido em cada teste. Em cada um dos métodos, a resina foi polimerizada utilizando-se intensidade de 600 mW/cm^2 e um período de 60 segundos, sendo as medições realizadas ao final desse período e, após este, ao final de 4 minutos. A contração de polimerização e o grau de limitação da contração nos dois tempos e para os quatro métodos foi estatisticamente significativa. A técnica do disco aderido modificada apresentou os maiores valores de contração de polimerização e grau de limitação da contração.

Para avaliar o efeito da polimerização quando realizada com aparelhos LED, Swanson et al.⁴⁸, em 2004, efetuaram testes de cisalhamento para avaliar a cimentação de “brackets” ortodônticos quando realizadas com diferentes aparelhos LED (Ultralume LED2, Elipar Freelight e GC e-light) e um aparelho de luz halógena (Ortholux XT). O aparelho Ultralume LED2 possui 2 LEDs, o aparelho Elipar Freelight possui 19 LEDs e o aparelho GC e-light possui 64 LEDs. Os “brackets” utilizados no estudo foram APC II Vistory Series Twin para pré-molares (esse material já vem, de fábrica, impregnado com adesivo), cimentados em molares humanos extraídos na face vestibular dos mesmos, pelos tempos de 10, 20, e 40 segundos. O teste de cisalhamento foi realizado em uma máquina universal de testes à velocidade de 0,5 mm/min até a falha do “bracket”. Os menores valores foram encontrados para o aparelho GC e-light nos tempos de

10 e 40 segundos, e os maiores valores para o aparelho Ultralume LED2 no tempo de 40 segundos. Todas as amostras apresentaram valores superiores a 8 MPa.

Também avaliando o efeito de novas fontes emissoras de luz, Tsai et al.⁵¹, em 2004, avaliaram a profundidade de polimerização e a dureza superficial de resinas compostas polimerizadas com três aparelhos de LED disponíveis no mercado e outros dois experimentais comparados com aparelhos de luz halógena. A resina composta Filtek Z250 foi utilizada no experimento em três cores diferentes (A3, B1 e C4), juntamente com os aparelhos de LED E-light, Freelight, 475H, Ledlenser, e LJW1, sendo os dois últimos os modelos experimentais. Para o teste de profundidade de polimerização das diferentes marcas comerciais de LED, foi utilizada a norma 4.049 da ISO, sendo a resina inserida em uma matriz com desenho de hemicíclindro com raio de 2,5 mm e profundidade de 10 mm e polimerizada por 40 segundos. O teste de dureza Vickers foi então realizado nessas amostras, sendo as medidas feitas a cada 1 mm. Para o teste dos aparelhos experimentais, a metodologia foi a mesma, mas apenas a cor A3 da resina foi utilizada. Os aparelhos experimentais também foram testados na polimerização de um adesivo (Fuji Coat LC) em comparação com um aparelho de luz halógena. O adesivo foi colocado em uma placa de vidro para se obter uma espessura de aproximadamente 45 μm . Os aparelhos de luz halógena apresentaram os maiores valores de profundidade de polimerização. Os aparelhos de LED comerciais apresentaram resultados similares. Os maiores valores de profundidade de polimerização para os aparelhos LED foram para a cor A3,

enquanto para os de luz halógena foi a cor C4. A dureza superficial foi semelhante para todos os aparelhos, mas, à medida que se aprofundou a luz convencional, esta apresentou melhores resultados. Os aparelhos experimentais não apresentaram resultados satisfatórios em nenhum dos testes.

Uhl et al.⁵⁵, em 2004, realizaram um estudo para verificar a influência da estocagem e da carga na endentação de um aparelho de dureza Knoop quando a resina composta é polimerizada com um aparelho de luz halógena (Elipar Freelight) e um aparelho LED (um aparelho experimental com 63 lâmpadas). Foram utilizadas quatro marcas comerciais de resinas compostas (Z100, TPH Spectrum, Solitare 2 e Definite). Foram feitas também avaliação da potência dos aparelhos utilizando-se sensores de potência e de temperatura e avaliação do espectro de emissão de luz dos mesmos. As amostras foram confeccionadas em uma matriz de 4 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, sendo as cargas utilizadas no aparelho de dureza de 200 gf e 400 gf. Os materiais foram avaliados nas superfícies de topo e base 5 minutos após a polimerização e cinco dias após a mesma, sendo estocadas, para esse fim, a seco. De maneira geral, a dureza da base dos materiais polimerizados com o aparelho LED foi igual ou maior do que quando utilizado o outro aparelho. A resina Definite apresentou valores de dureza do topo menores quando utilizado o aparelho LED. Quando os materiais foram avaliados após a estocagem, a carga de 400 gf apresentou um aumento estatisticamente significativo independente dos aparelhos utilizados.

Uhl et al.⁵⁴, também em 2004, avaliaram a profundidade de polimerização e a Dureza Knoop de três marcas comerciais de resinas compostas (Z100, Admira e Revoclin flow), em três diferentes cores, quando polimerizadas por um aparelho LED experimental, com uma única lâmpada de maior diâmetro, e por outro de luz halógena. Para o teste de profundidade de polimerização, oito amostras foram confeccionadas para cada variável, sendo o material inserido em uma matriz de aço com 4 mm de diâmetro e 8 mm de profundidade e um penetômetro utilizado para as mensurações. Para o teste de dureza Knoop, o material foi inserido em uma matriz de aço com 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade, sendo as medidas realizadas no topo e na base das amostras. O aparelho de LED apresentou maiores valores de profundidade de polimerização para todos os materiais e em suas diferentes cores. Não houve diferença estatística nos valores encontrados no teste de dureza para os aparelhos e as diferentes cores dos materiais, mas houve diferenças entre os resultados obtidos para as marcas comerciais das resinas e a face estudada (topo e base).

Com base na revisão da literatura, foi possível verificar a necessidade de determinar a eficiência de novas tecnologias ante a polimerização de resinas compostas, como a dos aparelhos à base de LED, bem como verificar comparativamente a influência dos mesmos na polimerização e contração de diferentes resinas compostas, principalmente na diminuição de efeitos deletérios como aqueles gerados pela contração de polimerização.

3 - Proposição

Com base na diversidade de materiais existentes e em suas múltiplas indicações, este trabalho propõe-se avaliar as variáveis contração de polimerização e grau de conversão de resinas compostas em função de diferentes materiais e aparelhos fotopolimerizadores, a saber:

1 - Resina Composta (2 níveis)

1.1 - Filtek Z250

1.2 - Filtek P60

2 - Aparelhos Fotopolimerizadores (2 níveis)

2.1 - Luz Halógena (LH)

2.2 - Luz à base de LED (LED)

4 - Material e método

4.1 - Material

Foram utilizadas neste estudo duas resinas compostas fotoativadas, sendo uma indicada pelo fabricante para uso em dentes anteriores e posteriores e outra, para uso em dentes posteriores, ambas na cor A3, descritas na Tabela 1 e apresentadas na Figura 1.

Tabela 1 – Materiais utilizados, fabricante e composição.

Marca	Fabricante	Composição
Filtek™ Z250	3M ESPE	<ul style="list-style-type: none"> Matriz orgânica: BIS-EMA UDMA TEGDMA Carga inorgânica: zircônia e sílica, com tamanho médio de 0,6 µm e conteúdo de 60% em volume.
Filtek™ P60	3M ESPE	<ul style="list-style-type: none"> Matriz orgânica: BIS-EMA UDMA TEGDMA Carga inorgânica: zircônia e sílica, com tamanho médio de 0,6 µm e conteúdo de 61% em volume.



FIGURA 1 – Resinas compostas utilizadas.

4.2 - Método

4.2.1 - Ensaio de contração de polimerização

4.2.1.1 - Obtenção de matriz e acessórios para teste

Neste ensaio, foi utilizada metodologia adaptada de Adabo¹, com o objetivo de medir a contração de polimerização linear de materiais resinosos. A partir de um tubete plástico de anestésico (Figura 2), foi obtido um cilindro com 6 mm de altura e 6,75 mm de diâmetro interno (Figura 3). Para que fosse inserida quantidade de resina composta aproximadamente igual para cada corpo-de-prova, foi feita uma referência na face externa do cilindro plástico, correspondente a dois milímetros acima da superfície inferior do mesmo (Figura 3). O cilindro foi então posicionado sobre uma lâmina de vidro e nela fixado com cera para que a extremidade inferior ficasse selada (Figura 4). Para

selar a extremidade superior, foi confeccionado um disco de amálgama, cuja matriz para sua confecção constituiu-se de um anel com espessura de aproximadamente 2,5 mm, e 6,75 mm de diâmetro obtido, também, a partir de tubete plástico de anestésico (Figura 5). O amálgama, fornecido em cápsulas, foi triturado e inserido nesse anel plástico e, após sua cristalização, foi polido com lixas de carbeta de silício até obter-se uma espessura de 2 mm. O disco de amálgama irá funcionar como um êmbolo, ocupando a porção superior do cilindro, e deverá possuir um diâmetro ligeiramente menor do que o do cilindro, o que foi conseguido realizando-se um leve desgaste lateral para que tenha possibilidade de deslizar livremente sobre as paredes internas do cilindro, sem restrições e sem excessiva folga.



FIGURA 2 – Tubete plástico utilizado para a confecção da matriz.

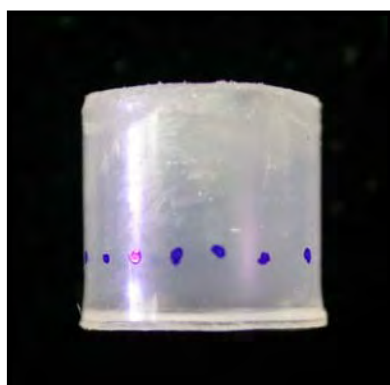


FIGURA 3 – Cilindro plástico utilizado como matriz no ensaio de contração de polimerização com a linha de referência.

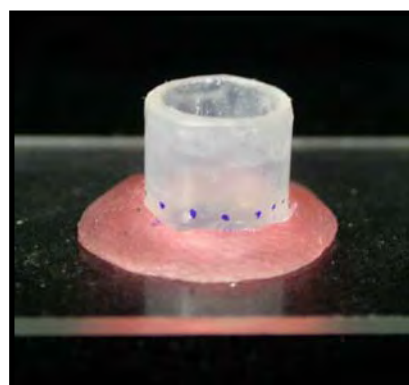


FIGURA 4 – Cilindro plástico fixado sobre a lâmina com cera.

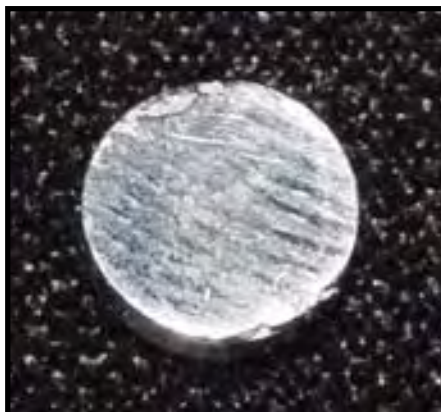


FIGURA 5 – Êmbolo confeccionado em amálgama.

4.2.1.2 - Obtenção dos corpos –de – prova de resina composta

Previamente à inserção das resinas compostas, o cilindro foi isolado com vaselina pastosa, utilizando-se um pincel para reduzir o atrito entre o material restaurador e as paredes laterais durante a contração de polimerização. Assim, o cilindro foi preenchido com o material resinoso até a linha de referência. Os corpos-de-prova foram obtidos em ambiente com luz natural da manhã, com persianas fechadas, permitindo, dessa forma, que o ensaio fosse realizado em ambiente relativamente escuro para reduzir o risco de iniciar-se o processo de polimerização por influência da luminosidade do ambiente.

Feito o preenchimento do cilindro, o disco de amálgama (êmulo) foi posicionado sobre a massa de resina composta e o conjunto (Figura 6) levado ao equipamento de medida, marca Tesa (Tipo GND) (Figura 7), que registra alterações lineares e que amplifica e indica, em valores analógicos, os sinais

produzidos pelo deslocamento da ponta do apalpador, com sensibilidade ajustada para 1 μm . O apalpador do dispositivo de medida foi montado em uma base dotada de mecanismo de movimentação vertical (Figura 8) com dispositivo de ajuste fino do ponto de partida (zero). Assim, posicionado o conjunto na base do instrumento de medida linear (Figura 9), aguardou-se 30 segundos para a estabilização do mesmo e, em seguida, o ponto de partida (zero) foi ajustado (Figura 10), tomando-se o cuidado de manter o material isolado da luz ambiente por meio de invólucro aluminizado durante o procedimento.

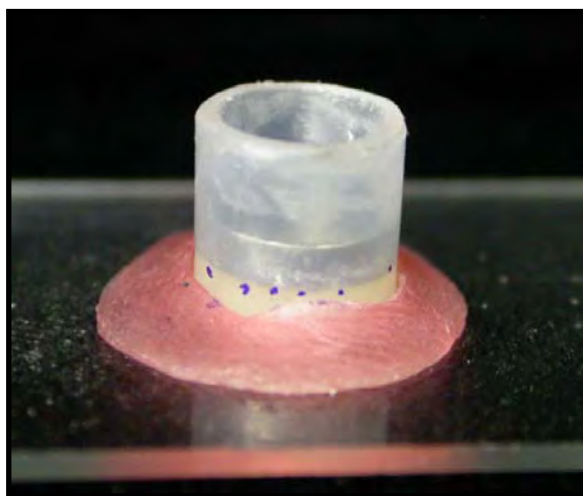


FIGURA 6 – Conjunto montado, pronto para ser levado ao aparelho que registra as medidas lineares.



FIGURA 7 – Equipamento de medida que registra as alterações lineares.

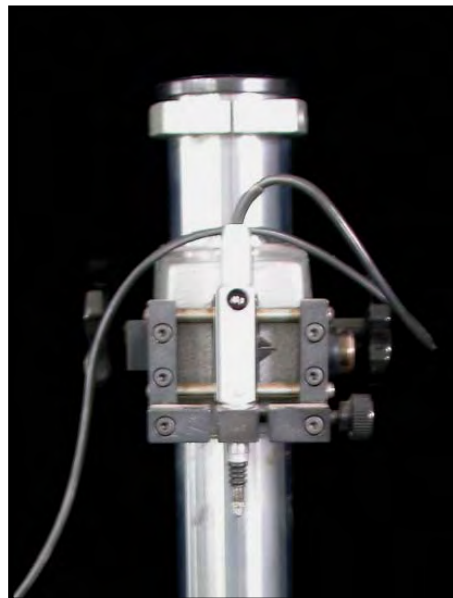


FIGURA 8 – Apalpador do dispositivo de medida montado em uma base dotada de mecanismo de movimentação vertical.



FIGURA 9 – Conjunto posicionado na base do instrumento de medida linear.

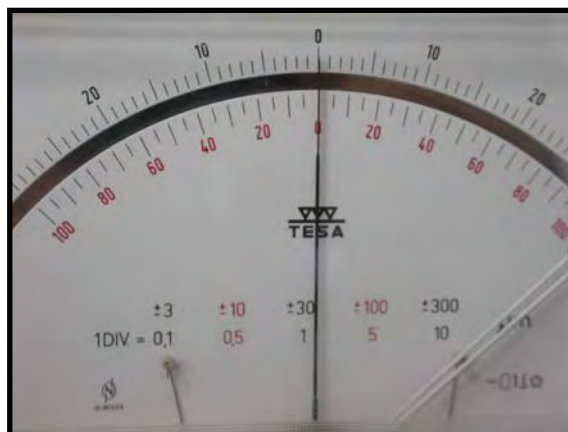


FIGURA 10 – Mostrador do aparelho que registra as alterações de medida linear no ponto de partida (zero).

A fotopolimerização foi realizada posicionando-se o aparelho emissor de luz na parte inferior do conjunto e em contato com a lâmina de vidro. Dois sistemas diferentes de polimerização foram utilizados (Luz Halógena e LED), conforme apresentação nas Figuras 11 e 12 e Tabela 2, a seguir.



FIGURA 11 – Aparelho de luz halógena utilizado no experimento.



FIGURA 12 – Aparelho LED utilizado no experimento.

Tabela 2 – Aparelhos fotopolimerizadores

Tipo de luz do aparelho	Modelo	Fabricante	Potência
Halógena	Degulux	Degussa	700 mW/cm ²
LED	Ultrablue IS	DMC	500 mW/cm ²

Dessa forma, foram obtidos no total, quatro grupos a serem desenvolvidos (dois para cada resina composta), conforme descritos na Tabela 3.

Tabela 3 – Grupos desenvolvidos

Grupos	Resina composta	Aparelho fotopolimerizador
G1	Filtek Z250	Luz halógena
G2	Filtek Z250	LED
G3	Filtek P60	Luz halógena
G4	Filtek P60	LED

A intensidade de luz dos aparelhos foi medida com a ajuda de um radiômetro (Curing Radiometer 100 - Demetron Research Corp.), sendo observados valores de 700 mW/cm^2 para o aparelho Degulux e de 500 mW/cm^2 para o aparelho Ultrablue IS. O período de ativação dos materiais com luz foi de 40 segundos (JANDT et al.²⁰; KENEZEVIC et al.²⁵; OBICI et al.³²). Durante a polimerização, o valor da contração linear foi monitorado e a contração final registrada em micrometros (μm).

O conjunto foi então desmontado e o corpo-de-prova retirado do cilindro plástico. O corpo-de-prova foi levado a um Projetor de Perfil, Nikon, (Figura 13) com sensibilidade de $1 \mu\text{m}$, para a medida da sua altura e assim obter-se sua medida final.



FIGURA 13 – Projetor de Perfil.

O porcentual de contração de polimerização (CP) foi calculado com base nas medidas lineares da contração e na medida final do corpo-de-prova polimerizado, utilizando-se para tal a seguinte equação:

$$CP (\%) = \frac{a}{a + b} \times 100$$

Onde: a = medida linear da contração de polimerização

b = medida final do corpo-de-prova

a + b = medida inicial do corpo-de-prova

Foram obtidos 40 corpos-de-prova, sendo 10 repetições para cada grupo, distribuídos aleatoriamente por sorteio.

4.2.2 - Ensaio de Medida do Grau de Conversão

Três repetições de cada grupo do experimento anterior foram selecionadas, por sorteio, para a realização do ensaio de medida do grau de conversão (imediatamente após o ensaio anterior). Cada amostra foi dividida ao meio utilizando-se uma máquina de corte de tecidos duros, e então retirada do centro da mesma quantidade suficiente de resina para a realização do estudo. Dessa forma, 5 mg do material foi pesado em uma balança de precisão e triturada em grau e pistilo de ágata para a obtenção de um pó da resina (Figura 14). Este pó foi misturado a brometo de potássio (KBr), um composto não reativo ao infravermelho, na proporção de 1/10 (50 mg). O pó resultante foi colocado em um pastilhador (Figuras 15 e 16) e levado à prensa (Figura 17), com carga de

aproximadamente 8 ton, para obtenção de uma pastilha (Figura 18) nas dimensões adequadas para ser utilizada no aparelho de espectrometria. Foi utilizado o aparelho Impact 400 marca Nicolet (Figura 19), que realiza medições dos espectros no infravermelho utilizando o método por transformações de Fourier (FTIR). Esse aparelho apresentava-se já calibrado e com os parâmetros de espectro de bandas ajustados entre os limites de 4.000 cm^{-1} a 400 cm^{-1} , com resolução de 4 cm^{-1} e 32 leituras por varredura de cada espectro.

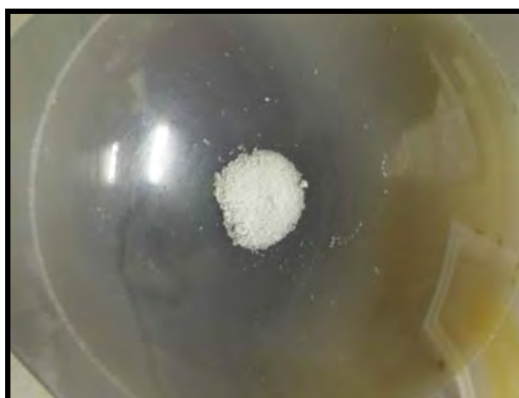


FIGURA 14 – Pistilo de ágata com quantidade de pó resultante da amostra.



FIGURA 15 – Pó de resina misturado ao brometo de potássio e colocado no dispositivo de confecção da pastilha (pastilhador).



FIGURA 16 – Pastilhador montado contendo os pós em seu interior e pronto para ser levado à prensa.



FIGURA 17 – Pastilhador posicionado na prensa.



FIGURA 18 – Pastilha obtida após a desmontagem do pastilhador.



FIGURA 19 – Aparelho de espectrometria no infravermelho utilizado no estudo.

Os resultados foram obtidos na forma de um gráfico que apresentava as bandas de absorção do infravermelho pela amostra primeiramente expressas em transmitância (T), sendo depois transformadas em absorbância (A), onde $A = \log_{10}(1/T)$, e analisados no próprio *software* que gerencia o aparelho (Ominic 1.1). Foram calculadas as áreas das bandas de absorção da ligação dupla carbono-carbono alifática (C=C alifática) e dupla carbono-oxigênio (C=O). A ligação C=C alifática possui característica de absorção do infravermelho por volta de 1.646 cm^{-1} , enquanto a ligação C=O possui valor de absorção situado em 1.731 cm^{-1} .

Para a determinação porcentual do grau de conversão (GC) dos monômeros em polímero, foi utilizada a seguinte equação (YOON et al.⁶⁰):

$$GC = 1 - \frac{\frac{\text{Área da banda C=C (polímero)}}{\text{Área da banda C=O (polímero)}}}{\frac{\text{Área da banda C=C (monômero)}}{\text{Área da banda C=O (monômero)}}} \times 100$$

5 - Resultado

5.1 - Ensaio de contração de polimerização

Os dados experimentais obtidos de porcentual de contração de polimerização em função dos materiais e aparelhos fotopolimerizadores utilizados estão apresentados na Tabela 4.

Tabela 4 - Dados de contração de polimerização (%) em função do material e aparelho fotopolimerizador utilizado

Repetição	GRUPO 1 Z250 (LH)	GRUPO 2 Z250 (LED)	GRUPO 3 P60 (LH)	GRUPO 4 P60 (LED)
1	1,1904	1,0767	1,1910	0,8634
2	1,2141	1,1284	1,1457	0,9356
3	0,6737	1,0928	1,1235	0,9688
4	0,9811	0,9875	1,0075	1,0393
5	1,0922	1,2978	1,0487	1,0435
6	0,9952	1,0622	1,2221	0,9791
7	1,0118	1,0893	1,2693	0,7645
8	1,1266	1,2232	0,9976	1,1713
9	0,9921	1,1997	1,2775	1,0068
10	1,0879	1,0465	0,9830	0,9076

A variável quantitativa contínua contração de polimerização foi avaliada comparando-se os quatro grupos experimentais com diferentes materiais e sistemas de polimerização. Os dados apresentaram distribuição normal conforme demonstrado no Gráfico 1.

Em razão dessa verificação, a esses dados foi aplicado o teste de Análise de Variância que mostrou ter ocorrido significância somente para a interação Resina X Aparelho, conforme Tabela 5.

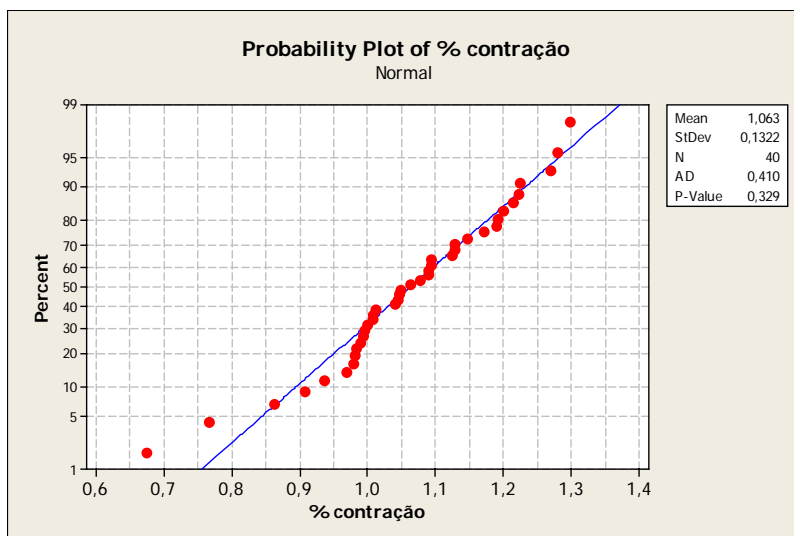


GRÁFICO 1 - Teste de normalidade dos dados de contração de polimerização.

Tabela 5 - Análise de Variância para contração de polimerização. $p < 0,05$

Fonte de Variação	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p
Resina	1	0,00964	0,00964	0,68	0,415
Aparelho	1	0,01395	0,01395	0,98	0,328
Resina x Aparelho	1	0,14726	0,14726	10,38	0,003
Resíduo	36	0,51080	0,01418		
Total	39	0,68164			

Para analisar entre quais grupos houve diferença estatisticamente significativa, foi realizado teste de Tukey com $\alpha=0,05$. A Tabela 6 apresenta os valores médios de contração de polimerização, o desvio padrão e a categoria estatística dos grupos em estudo.

Tabela 6 - Valores médios de contração de polimerização, desvio padrão e categoria estatística dos grupos em estudo, segundo Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Grupos	Valores médios	Desvio padrão	Categoria estatística
Grupo 1 - Z250 (LH)	1,0365	0,1519	AB
Grupo 2 - Z250 (LED)	1,1205	0,0933	A
Grupo 3 - P60 (LH)	1,1268	0,1126	A
Grupo 4 - P60 (LED)	0,9681	0,1108	B

Essa Tabela mostra que a resina Filtek P60 polimerizada com o aparelho LED (Grupo 4) apresentou, numericamente, menor valor médio de contração de polimerização, sendo seguida pela resina Filtek Z250 polimerizada com aparelho de luz halógena (Grupo 1), cujo valor foi estatisticamente semelhante ao anterior. As resinas Filtek Z250 polimerizada pelo aparelho LED (Grupo 2) e Filtek P60 polimerizada pelo aparelho de luz halógena (Grupo 3) apresentaram valores semelhantes e numericamente superiores aos dos outros dois grupos, mas estatisticamente semelhantes ao resina Filtek Z250 quando polimerizada com aparelho de luz halógena (Grupo 1).

5.1 - Ensaio do grau de conversão

Os dados experimentais obtidos do grau de conversão dos materiais utilizados em função dos diferentes aparelhos fotopolimerizadores estão apresentados na Tabela 7.

Tabela 7 - Dados do grau de conversão (%) em função do material e aparelho fotopolimerizador utilizado

Repetição	Grupo 1 Z250 (LH)	Grupo 2 Z250 (LED)	Grupo 3 P60 (LH)	Grupo 4 P60 (LED)
1	67,09	66,29	66,96	66,89
2	65,47	66,33	66,47	65,55
3	65,37	66,13	65,64	65,23

A variável quantitativa contínua grau de conversão foi avaliada comparando-se os quatro grupos experimentais. Os resultados apresentaram distribuição normal, conforme demonstrado no Gráfico 2.

Em razão desse resultado, a esses dados foi aplicado o teste de Análise de Variância que mostrou não ter ocorrido significância entre os grupos, conforme Tabela 8.

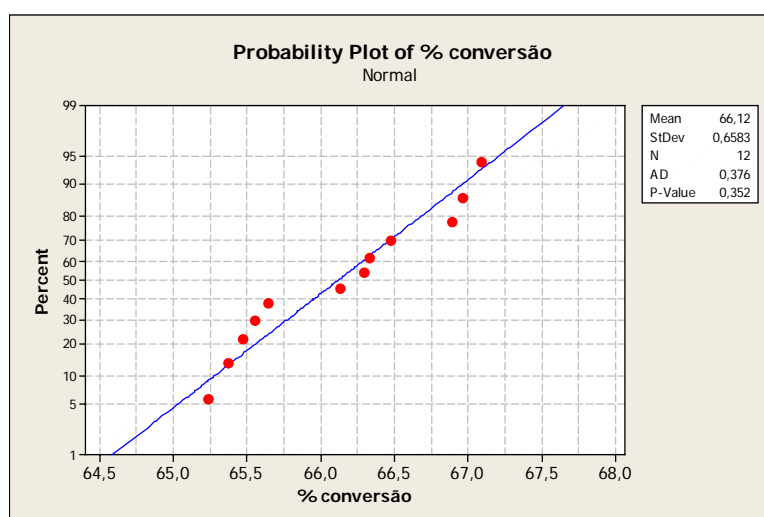


GRÁFICO 2 - Teste de normalidade dos resultados do grau de conversão.

Tabela 8 - Análise de Variância para grau de conversão. $p < 0,05$

Fonte de Variação	G.L.	Soma de Quadrados	Quadrado Médio	F	p
Resina	1	0,0003	0,0003	0,00	0,982
Aparelho	1	0,0280	0,0280	0,05	0,826
Resina x Aparelho	1	0,4107	0,4107	0,76	0,409
Resíduo	8	4,3283	0,5410		
Total	11	4,7674			

Para confirmar o resultado do Teste de Análise de Variância, foi realizado teste de Tukey com $\alpha=0,05$. A Tabela 9 apresenta os valores médios de grau de conversão, desvio padrão e categoria estatística dos grupos em estudo.

Tabela 9 - Valores médios de conversão, desvio padrão e categoria estatística dos grupos em estudo, segundo Teste de Tukey ($\alpha=0,05$)

Grupos	Valores médios	Desvio padrão	Categoria estatística
Z250 (LH)	65,977	0,965	A
Z250 (LED)	66,250	0,106	A
P60 (LH)	66,357	0,667	A
P60 (LED)	65,890	0,881	A

Essa Tabela mostra que não houve diferença estatisticamente significativa para os resultados obtidos de conversão dos materiais.

6 - Discussão

Os materiais resinosos vêm sendo estudados de longa data, sempre na procura do entendimento do processo de polimerização e composição para que melhores resultados sejam conseguidos desde o processo restaurador e até mesmo durante os periódicos controles. Bowen⁸ conseguiu uma melhora significativa nas propriedades desses materiais (contração de polimerização, solubilidade, sorção de água, coeficiente de expansão térmica, estabilidade de cor, opacidade, resistência à compressão e à tração, módulo de elasticidade e dureza superficial) ao diminuir a quantidade de matriz resinosa e adicionar em seu lugar partículas de carga.

Durante o processo de polimerização, esses materiais contraem-se como resultado da diminuição dos espaços entre as unidades monoméricas, resultando em um encurtamento da cadeia polimérica final (ADABO¹; OBICI et al.³²; PEUTZFELDT e ASMUSSEN³⁵). Esse processo decorre da substituição das ligações de força de Van der Waals' pré-existentes por ligações covalentes (YAP et al.⁵⁹). A alteração de volume que esses materiais sofrem durante o processo de cura pode ser afetada por diversos fatores, como quantidade e tipo das partículas de carga; composição da matriz orgânica; adsorção de água; configuração do preparo cavitário e intensidade de luz (ANUSAVICE³; DENNISON et al.¹²; PALIN et al.³³; KIM e WATTS²²).

Quanto maior a conversão dos monômeros em polímeros, maior é a contração (FEILZER et al.¹⁵). Monômeros de alto peso molecular, como o BIS-

GMA e o BIS-EMA, geram menor contração de polimerização, enquanto monômeros de baixo peso molecular, como o TEGDMA, utilizado como diluente, apresentam resultado inverso. Isso ocorre porque uma cadeia pequena proporciona ao monômero uma grande mobilidade dentro da massa do material, permitindo, assim, que mais ligações covalentes sejam formadas (ASMUSSEN e PEUTZFELDT⁵; CHUNG et al.¹¹; IMAZATO et al.¹⁹; KIM e WATTS²²). Novos monômeros foram desenvolvidos visando a substituição dos atualmente em uso, mas, segundo Chung et al.¹¹, esses materiais apresentaram limitações que contraindicaram seu uso, como a grande quantidade de passos necessários para a síntese dos mesmos ou a alta temperatura necessária para que ocorresse a polimerização. Dessa forma, os autores Chung et al.¹¹ e Kim e Chung²¹ conseguiram desenvolver monômeros metacrilatos trifuncionais com peso molecular relativamente alto, de fácil síntese e polimerização. Os materiais por eles desenvolvidos foram o TTEMA, o THMPE e o THMPM, os quais possuem moléculas com mais alto peso molecular do que o Bis-GMA e o Bis-EMA, três ligações duplas carbono/carbono (C=C) e, segundo os autores, apresentar-se-ão como uma alternativa interessante de substituição, após estudos finais sobre sua biocompatibilidade, aos atuais monômeros em uso por permitirem menor contração de polimerização e sorção de água.

Outro fator na composição da resina que pode alterar a conversão dos monômeros e, conseqüentemente, a contração de polimerização é a quantidade dos agentes iniciador e redutor. Venhoven et al.⁵⁶ mostraram que, quando se aumenta muito a quantidade de canforoquinona sem também aumentar

a quantidade de amina, o material tem diminuído o seu grau de conversão, e, segundo os autores, isso ocorre porque cada molécula de canforoquinona excitada deve encontrar uma molécula de amina para reagir e assim formar os primeiros radicais. Quando isso não ocorre, a molécula excitada de canforoquinona volta a seu estado normal e o processo não tem início.

Moin-Jan et al.²⁸ também chegaram à mesma conclusão quando desenvolveram um estudo nesse sentido, chegando até a determinar que a melhor concentração porcentual por massa de canforoquinona e amina, na proporção de 1:1, é de 0,6 quando o agente redutor for o DMPT e de 0,5 quando for o DMAEMA.

Park et al.³⁴, também trabalhando com sistema iniciador/redutor, verificaram que o PPD pode ser utilizado em substituição à canforoquinona, apresentando resultados similares de conversão quando a ela comparado. Porém, o resultado que mais chamou a atenção foi o fato de seu uso associado à canforoquinona apresentar resultados que excederam aqueles obtidos quando ambos foram usados separados. Segundo os autores, isso ocorre em função de, provavelmente, os dois componentes utilizarem mecanismos de formação de radicais livres diferentes e a combinação de ambos absorver mais dos fótons de energia disponíveis.

A adsorção de água pelo material já foi considerada como um processo que também poderia afetar a contração, ajudando a diminuí-la, mas Kim e Watts²² relataram que esse processo pode levar muitos meses, pois o coeficiente de difusão da água nesses materiais é muito baixo.

Segundo Price et al.³⁸, a configuração do preparo cavitário tem efeito benéfico sobre a contração de polimerização porque cavidades com fator $C < 1$ ajudam o material a suportar melhor o estresse gerado, dissipando-o e evitando a formação de fendas na interface dente/material restaurador. Barink et al.⁶, nesse mesmo sentido, demonstraram que as regiões mais suscetíveis a sofrer falhas em uma restauração são áreas de superfície irregular.

Fan et al.¹⁴, Nomoto³⁰, Nomoto e Hirasawa³¹ e Yoon et al.⁶⁰ relataram que o grau de contração e, conseqüentemente, o grau de polimerização, também estão ligados à quantidade de luz a que a resina é exposta na frequência entre 400 nm e 515 nm. Nestes comprimentos de onda, segundo os autores, o que realmente vai garantir profundidade de polimerização é a intensidade de luz emitida pelo aparelho, haja vista que a intensidade diminui à medida que a luz penetra no material e que este polimerizar-se-á na superfície independente da intensidade a que seja submetido, pois esta é a primeira região exposta.

Alguns autores questionaram a suposição de que o aumento na quantidade de partículas de carga diminui a contração (ADABO¹; KIM e WATTS²² e AMORE et al.²), e isso nos parece correto porque, ao aumentar a quantidade de carga, a massa de resina fica muito espessa (viscosa), fazendo-se necessário o uso de um diluente (TEGDMA) para facilitar a sua manipulação, o que levará, novamente, a aumento na contração. Na verdade, o aumento na quantidade de carga acarreta um aumento nas propriedades físicas desses materiais.

É difícil comparar resultados de contração, entre autores, para um mesmo material porque eles se apresentam, em alguns casos, diferentes uns dos outros, e, de acordo com Sakaguchi et al.⁴⁴, essas medidas variaram em decorrência do método de medida utilizado, da intensidade de luz, do volume dos espécimes e também em função do operador.

Vários métodos podem ser utilizados para medir a contração de polimerização, e cada um confia em uma base física para realizar as mensurações. O mais comumente utilizado é o dilatômetro - neste método o material é envolto por um líquido não reativo (geralmente mercúrio, mas também se pode utilizar água), e a contração volumétrica é obtida acompanhando-se a movimentação do líquido em um tubo capilar (SAKAGUCHI et al.⁴⁴). Outra forma de medir o processo é fazendo uso de câmeras acopladas a computadores que analisam a imagem digitalizada do material, fornecendo assim sua área (SHARP et al.⁴⁵). O método do disco aderido (“bonded disk”) registra indiretamente as alterações lineares que o material sofre durante a contração, monitorando a deflexão de uma fina lamínula de vidro posicionada sobre o mesmo através de um transdutor de mínima carga (KIM e WATTS²²). Medidas lineares de contração também podem ser obtidas utilizando-se um linômetro - este método é uma modificação do anterior, e, por ele, a ponta do aparelho é posicionada sobre uma lâmina de metal que se encontra em contato com a superfície do material (DENNISON et al.¹²; FEILZER et al.¹⁵; VENHOVEN et al.⁵⁶). A microscopia eletrônica de varredura também pode ser utilizada, sendo, neste caso avaliado quanto a resina composta afasta-se da superfície interna do cilindro de metal onde foi inserida (OBICI et

al.³²). Aparelhos de picnometria à gás hélio também são utilizados - por este método avalia-se o volume de uma matriz onde a resina composta é inserida antes e após a polimerização da mesma e, a partir desses valores, obtém-se o resultado de contração volumétrica (AMORE et al.²). Uma variante desse método é a realização das aferições com as amostras imersas em água, sendo verificado o deslocamento da mesma (EMAMI et al.¹³). Sensores de deformação linear (“strain gauge”) também podem ser utilizados, método pelo qual a deformação sofrida pelo sensor é registrada e, a partir desse resultado, obtém-se o valor da contração (CEHRELI e KANAY¹⁰; YAP et al.⁵⁸; YAP et al.⁵⁹). Diferente dos anteriores, este método não registra a contração total, pois os sensores apenas conseguem registrar alterações quando o material desenvolve propriedades elásticas, apresentando assim alguma dureza. Dessa forma, o registro da contração é obtido apenas durante a fase pós-gel e o método não é indicado para uso com materiais de baixa viscosidade (SAKAGUCHI et al.⁴⁴).

Nossa proposta para registrar a medida de contração dos materiais em estudo foi desenvolvida por Adabo¹, pela qual as alterações lineares (em um único plano) são registradas por um método que realiza essa medida de maneira direta, sob leve pressão e durante todo o processo (durante os estados pré e pós-gel).

Os resultados obtidos neste estudo para a contração de polimerização, de acordo com os valores médios e resultado estatístico, demonstraram que, numericamente, o menor valor médio de contração de polimerização foi apresentado pela resina Filtek P60 quando polimerizada pelo

aparelho LED (0,9681%), sendo este resultado estatisticamente igual ao apresentado pela resina Filtek Z250 quando polimerizada pelo aparelho de luz halógena (1,0365%). As resinas Filtek Z250 quando polimerizada pelo aparelho LED e Filtek P60 quando polimerizada pelo aparelho de luz halógena apresentaram os maiores valores numéricos de contração (1,1205% e 1,1268%), sendo seus valores estatisticamente semelhantes aos da resina Filtek Z250 polimerizada pelo aparelho de luz halógena.

Esses resultados nos permitem dizer que, com relação aos valores de contração de polimerização entre as resinas Filtek Z250 e P60, estas, quando polimerizadas por um aparelho de luz halógena, não apresentam justificativa que indique o uso de um material em detrimento ao outro para restaurações em dentes posteriores. Com relação ao aparelho LED, os resultados nos permitem dizer que a resina Filtek P60 pode ser escolhida baseada nessa propriedade, pois apresenta menor contração de polimerização usando-se esse aparelho. A resina Filtek Z250 apresentou resultados de contração de polimerização semelhantes mesmo quando variamos as fontes de luz, nos mostrando que o aparelho LED, em estudo, apresenta características de polimerização semelhantes ao aparelho de luz halógena para esse material. A resina Filtek P60 apresentou, numericamente, valores médios de contração menores quando polimerizada com aparelho o LED, e esse resultado será mais bem verificado adiante, quando analisarmos os resultados do teste de conversão.

Os resultados apresentados pela resina Filtek P60 parecem semelhantes aos obtidos por Adabo¹ quando este avaliou o mesmo material

utilizando uma fonte de luz halógena, e nossos resultados são confirmados por Obici et al.³² ao verificarem não haver diferença entre valores de contração das resinas Filtek Z250 e P60 quando polimerizadas por um aparelho de luz halógena com intensidade de luz contínua.

A contração de polimerização é uma característica inerente a esses materiais. Dessa forma, é necessário aceitá-la e tentarmos solucionar os problemas derivados de sua ocorrência, como estresse de contração, aumento de temperatura, formação de fendas na interface dente/material restaurador, cáries secundárias e sensibilidade pós-operatória (DENNISON et al.¹²; PRICE et al.³⁸; SAKAGUCHI et al.⁴³).

A formação de fendas, a cárie, e a sensibilidade pós-operatória estão intimamente ligadas ao estresse de contração gerado durante a polimerização. Essa força, quando gerada na interface dente/material restaurador, necessita ser controlada, e, para isso, Braga e Ferracane⁹ sugeriram a diminuição da velocidade de conversão dos materiais. Os autores sugeriram essa medida porque, em sua fase inicial de desenvolvimento da rede de polímero, a resina composta permite um melhor escoamento das tensões formadas durante o processo. Assim, o objetivo é aumentar ao máximo possível a existência da fase inicial de baixo módulo de elasticidade.

Uma das maneiras de atingir esse objetivo é diminuir a intensidade de luz oferecida pelos aparelhos (HOFMANN et al.¹⁸; PRICE et al.³⁸; VENHOVEN et al.⁵⁶). A intensidade pode ser diminuída, mas existe um valor mínimo que o aparelho deve oferecer e que, de acordo com Pilo et al.³⁶, não deve

ser menor do que 200 mW/ cm^2 porque, abaixo disso, a resina não atingirá um grau de polimerização satisfatório para que possa desempenhar suas funções na cavidade bucal. Rueggberg et al.⁴⁰ afirmaram que não se deve trabalhar com intensidades de luz abaixo de 233 mW/ cm^2 , sendo a mais adequada 400 mW/ cm^2 . Baixas intensidades de luz solucionam o problema do estresse de contração, mas o tempo de exposição à luz do material deve ser aumentado para garantir que densidade de potência satisfatória seja fornecida ao material para a sua polimerização (BRAGA e FERRACANE⁹; HALVORSON et al.¹⁶). Além disso, Venhoven et al.⁵⁶ demonstraram em seu experimento que a polimerização realizada em baixo tempo de exposição compromete a profundidade de polimerização.

Outro método para diminuir a velocidade de contração seria iniciar-se a polimerização a baixa intensidade e depois aumentá-la para atingir propriedades mecânicas satisfatórias (MOON et al.²⁹). Obici et al.³² realizaram um estudo pelo qual verificaram que o uso de diferentes intensidades de luz durante a polimerização controla os efeitos indesejados da contração de polimerização. Segundo os autores, isso é possível porque, ao iniciar-se o processo a baixa intensidade, um rearranjo molecular ocorre, e isso permite uma redução do estresse interno. Depois, quando uma alta intensidade for aplicada, esta promoverá um adequado grau de conversão que fornecerá propriedades físicas e mecânicas satisfatórias ao material.

O aumento na temperatura durante o processo de cura desses materiais é uma característica inerente a eles, ou seja, sempre vai estar presente,

pois esse fenômeno decorre do fato da polimerização apresentar-se como um processo exotérmico. Essa liberação de calor aparece como um pulso liberado após atingir-se a fase gel como demonstraram Sakaguchi et al.⁴². De acordo com esses autores, um aumento de 5,5° C na polpa de macacos, resultou em perda de 15% da vitalidade da polpa e, segundo Uhl et al.⁵⁴, um aumento de 42,5° C pode levar a danos irreversíveis no tecido pulpar humano.

Outro fator que pode interferir, levando também a aumento da temperatura no elemento dental, é o calor gerado e transmitido pelos aparelhos fotopolimerizadores, e que pode ser influenciado pelo tempo de exposição e pela espessura do material (TARLE et al.⁴⁹; UHL et al.⁵³). Existem no mercado várias fontes para a polimerização das resinas compostas, como aparelhos de luz halógena, LED, arco de plasma e aparelhos funcionando à base de lasers.

O aparelho de luz halógena é o mais utilizado pelos profissionais, sendo também o que há mais tempo se encontra no mercado. Segundo Poulos e Styner³⁷ e Teshima et al.⁵⁰, esses aparelhos podem acarretar problemas na polimerização dos compósitos com o decorrer do tempo (devido à diminuição da intensidade de luz emitida por eles) se medidas adequadas não forem tomadas para a correta conservação e substituição, quando necessária, da lâmpada e do filtro em períodos corretos. Apenas uma pequena parte do espectro de luz emitido pelas lâmpadas incandescentes é apropriada para ativar os agentes fotoiniciadores. O espectro de luz azul emitido é muito pequeno, sendo a maior parte da emissão feita em outras faixas, chegando até o vermelho, o que infelizmente não contribui para a ativação e torna a eficiência desses aparelhos baixa (HOFMANN et al.¹⁷).

À vista desses problemas apresentados pelos aparelhos de luz halógena, uma nova tecnologia de aparelhos foi proposta, a partir de 1995, para a realização da cura dos compósitos, o LED. Esses aparelhos oferecem vantagens sobre os aparelhos de lâmpada halógena, como expectativa de vida útil da lâmpada superior, emissão de luz no espectro de absorção da canforoquinona, ausência de filtros e tamanho compacto do aparelho (JANDT et al.²⁰; TSAI et al.⁵¹; UHL et al.⁵⁵; YOON et al.⁶⁰). Inicialmente, no que foi chamada de primeira geração desses aparelhos, a intensidade de luz emitida era muito baixa, o que limitava seu uso a pequenos incrementos e altos tempos de exposição (STAHL et al.⁴⁷; SWANSON et al.⁴⁸). Para tentar solucionar esses problemas, aumentaram-se as quantidades de LEDs que compunham os aparelhos, e, assim, estudos foram feitos para verificar se era essa a direção a seguir; porém, a quantidade de LEDs utilizada ainda não fornecia intensidade suficiente para igualar-se em resultados com a luz halógena ou superá-la (BENNETT e WATTS⁷; KENEZEVIC et al.²⁵; KURACHI et al.²⁶; RAHIOTIS et al.³⁹; TARLE et al.⁴⁹). Mills et al.²⁷ testaram aparelhos com 27 e 54 LEDs e obtiveram resultados similares aos encontrados quando do uso do aparelho de luz halógena também testado. Esse aumento na intensidade passou a gerar calor, sendo necessária incorporação de ventiladores a alguns desses aparelhos (SWANSON et al.⁴⁸). O aumento na quantidade de LEDs e a eventual necessidade da incorporação de ventiladores, infelizmente, levou ao sacrifício do tamanho compacto que possuíam.

A atual geração, chamada de segunda, volta a utilizar apenas uma lâmpada, mas com um diâmetro bem maior, o que lhe garante produzir alta

intensidade de luz, sendo os valores resultantes iguais ou superiores aos produzidos pelos aparelhos de luz halógena, com baixa produção de calor (UHL et al.⁵²), e nossos resultados, conforme discutido anteriormente, são condizentes com essas afirmações.

Cuidados devem ser tomados durante a escolha dos aparelhos fotopolimerizadores, pois algumas resinas apresentam a inclusão de agentes co-iniciadores em sua composição para a obtenção de melhores resultados durante o processo de cura, conforme já discutido antes. Esse cuidado é necessário porque os aparelhos LED não emitem espectros nas faixas de absorção de luz desses componentes (que se situam abaixo dos 410 nm), e, dessa forma, o material não apresentará as características físicas necessárias para desempenhar suas funções na cavidade bucal (HOFMANN et al.¹⁷; MOON et al.²⁹; UHL et al.⁵⁵; UHL et al.⁵²; UHL et al.⁵⁴).

Com relação ao calor gerado pelos aparelhos, Hofmann et al.¹⁷, Kleverlaan e de Gee²⁴, Knezevic et al.²⁵, Sakaguchi et al.⁴², Tarle et al.⁴⁹ e Uhl et al.⁵³ verificaram que os aparelhos LED permitem gerar menos calor às resinas compostas durante a polimerização do que quando são submetidas à polimerização através de aparelhos de luz halógena, estando esses valores sujeitos à variação de potência de emissão de luz dos aparelhos, o que, de acordo com os autores, é possível devido ao fato dos aparelhos LED emitirem luz, estritamente, na faixa da cor azul.

Ainda em relação à emissão de luz, é importante refletirmos sobre o fato de que, inicialmente, se acreditava que a direção do vetor de polimerização

das resinas compostas dava-se em direção à luz e que esse era um dos motivos de existirem fendas nas margens das restaurações quando a fonte de luz era posicionada diretamente sobre o material (HOFMANN et al.¹⁸). Outros autores (ASMUSSEN e PEUTZFELDT⁴; PRICE et al.³⁸; VERSLUIS et al.⁵⁷), porém, mostraram que a direção de contração apresenta-se como sendo em direção à superfície na qual o material está aderido. Normalmente tem-se a falsa impressão de que a resina contrai em direção à luz porque, como a intensidade da luz é mais intensa na superfície do material, este polimeriza-se primeiro nessa região fazendo com que o restante, ainda não polimerizado, venha a ter aderência a essa região e, a partir daí, contrair-se nessa direção, podendo formar fendas.

Com relação a estudos comparativos entre resinas de presa física e química, Kinomoto et al.²³ realizaram um estudo para verificar as diferenças entre esses materiais e chegaram à conclusão de que a direção das linhas de estresse e o estresse gerado são semelhantes para ambas, sendo diferente apenas a magnitude e tendo os maiores valores sido apresentados pelas fotoativadas.

Nos estudos relacionados aos fatos aqui discutidos, encontramos Venhoven et al.⁵⁶ indicando que a verificação do processo de cura de materiais resinosos deve ser feita sempre em conjunto com um estudo de espectrometria de infravermelho (FTIR) para verificação molecular das alterações durante o processo. Para eles e Silverstein e Webster⁴⁶, o estudo dessa propriedade permite uma correta avaliação quantitativa de ligações C=C alifáticas que não reagiram durante a polimerização.

Também Yoon et al.⁶⁰ relataram que a espectrometria de infravermelho (FTIR) é o melhor teste para verificar o grau de conversão à vista de testes de dureza superficial porque, segundo eles, estes últimos medem apenas indiretamente esse processo.

Foi em decorrência disso que fizemos a opção por verificar o grau de conversão que os materiais utilizados em nosso estudo apresentariam, caracterizando de forma melhor a polimerização por eles alcançada. Nossos resultados não apresentaram diferença nos valores médios encontrados, bem como diferença estatisticamente significativa entre eles. Isso nos permite afirmar que os aparelhos atuaram para promover a polimerização de forma semelhante nas resinas utilizadas.

Neste momento, concordamos com Sakaguchi e Berge⁴¹ quando estes afirmaram que contração de polimerização não é um método confiável para medir diferenças no grau de polimerização, mas é um bom indicador para as diferenças na polimerização dentro de amostras do mesmo grupo de materiais, pois isso é condizente com nossos resultados.

A variação no valor médio de contração da resina Filtek P60, a nosso ver, deve-se a possíveis diferenças imperceptíveis, talvez relacionadas ao operador, durante a realização do experimento, pois essa resina apresenta resultados de grau de polimerização semelhantes aos dos outros grupos.

Nossos resultados não parecem estar de acordo com os apresentados por Tarle et al.⁴⁹ quando estes avaliaram o grau de polimerização da resina Filtek Z250 utilizando um aparelho LED, mas isso possivelmente se deva

ao aparelho por eles utilizado, que possuía uma potência de 9 mW/cm^2 . Já os resultados para o aparelho de luz halógena utilizado nas medições pelos autores parecem estar em acordo com os nossos. Também não são resultados semelhantes aos nossos aqueles obtidos por Yoon et al.⁶⁰. Estes autores apresentam valores de conversão da resina Filtek Z250 inferiores aos nossos tanto quando do uso de um aparelho LED como de um aparelho de luz halógena, mas, nesse caso, a diferença parece estar relacionada ao método utilizado pelos autores. A resina foi montada não em pastilhas de KBr, mas em finos filmes ($50 \mu\text{m}$ de espessura) de KBr. Não encontramos na literatura referências a respeito de divergência de resultados entre as técnicas, mas isso parece ser verdadeiro. Também não encontramos resultados nos moldes dos aqui utilizados com a resina Filtek P60, mas, como sua composição é muito semelhante e de acordo com os resultados por nós observados neste estudo em relação à resina Filtek Z250, parece-nos correto afirmar que seus resultados, por estarem iguais ao do outro material aqui em estudo, são aceitáveis.

7. Conclusão

Com base na metodologia empregada e de acordo com os resultados obtidos em função dos fatores analisados, é lícito afirmar que:

- ❖ a contração de polimerização de diferentes materiais (Filtek Z250 e Filtek P60) apresentou comportamento diferente mediante a mesma fonte luz (LED);
- ❖ o grau de conversão dos materiais apresentou-se estatisticamente semelhante em relação aos materiais e aparelhos fotopolimerizadores;
- ❖ o aparelho LED (Ultrablue IS) apresentou resultados de contração de polimerização e conversão de monômeros que permitem que seja utilizado como uma alternativa a aparelhos de luz halógena.

8. Referências*

1. ADABO, G.L. *Estudo do conteúdo de partículas inorgânicas, da contração de polimerização e da resistência à flexão de materiais restauradores estéticos diretos indicados para dentes posteriores*. 2000. 185f. Tese (Livre Docência) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.
2. AMORE, R.; PAGANI, C.; YOUSSEF, M.N.; ANAUATE NETTO, C.; LEWGOY, H.R. Polymerization shrinkage evaluation of three packable composite resins using a gas pycnometer. *Pesqui. Odontol. Bras.*, São Paulo, v.17, n.3, p.273-277, jul./ set. 2003.
3. ANUSAVICE, K. J. *Materiais dentários*. 10.ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan, 1998. p.161-177.
4. ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Direction of shrinkage of light-curing resin composites. *Acta Odontol. Scand.*, Oslo, v.57, n.6, p.310-315, Dec. 1999.
5. ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Influence of composition on rate of polymerization contraction of light-curing resin composites. *Acta Odontol. Scand.*, Oslo, v.60, n.3, p.146-150, June 2002.

*ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. *NBR 6023: informação e documentação - referências - elaboração*. Rio de Janeiro, 2002. 24p.

6. BARINK, M.; VAN DER MARK, P.C.P.; FENNIS, W.M.; KUIJS, R.H.; KREULEN, C.M.; VERDONSCHOT, N. A three-dimensional finite element model of polymerization process in dental restorations. *Biomaterials*, Guildford, v.24, n.8, p.1427-1435, Apr. 2003.
7. BENNETT, A.W.; WATTS, D.C. Performance of two light-emitting-diode dental light curing units with distance and irradiation-time. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.1, p.72-79, Jan. 2004.
8. BOWEN, R.L. Properties of silica-reinforced polymer for dental restorations. *J. Am. Dent. Assoc.*, Chicago, v. 66, n.1, p.57-64, Jan. 1963.
9. BRAGA, R.R.; FERRACANE, J.L. Contact stress related to degree of conversion and reaction kinetics. *J. Dent. Res.*, Chicago, v.81, n.2, p.114-118, Feb. 2002.
10. CEHRELI, M.C.; CANAY, S. Comparison of post-gel shrinkage strains in light-polymerized composite resins. *J. Prosthet. Dent.*, St. Louis, v.88, n.5, p.461-466, Nov. 2002.
11. CHUNG, C.M.; KIM, J.M.; KIM, M.S.; KIM, K.M.; KIM, K.N. Development of a new photocurable resin with reduced curing shrinkage. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.18, n.2, p.174-178, Mar. 2002.
12. DENNISON, J.B.; YAMAN, P.; SEIR, R. HAMILTON, J.C. Effect of variable light intensity on composite shrinkage. *J. Prosthet. Dent.*, St. Louis, v.84, n.5, p.499-505, Nov. 2000.

13. EMAMI, N.; SÖDERHOLM, K.J.M.; BERGLUND, L.A. Effect of light power density variations on bulk curing properties of dental composites. *J. Dent.*, Bristol, v.31, n.3, p.189-196, Mar. 2003.
14. FAN, P.L.; SCHUMACHER, R.M.; AZZOLIN, K.; GEARY, R.; EICHMILLER, F. Curin-light intensity and depth of cure of resin-based composites tested according to international standards. *J. Am. Dent. Assoc.*, Chicago, v.133, n.4, p.429-434, Apr. 2002.
15. FEILZER, A.J.; DOOREN, L.H.; DE GEE, A.J.; DAVIDSON, C.L. Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration-cavity interface. *Eur. J. Oral Sci.*, Copenhagen, v.103, n.5, p.322-326, Oct. 1995.
16. HALVORSON, R.H.; ERICKSON, R.L.; DAVIDSON, C.L. Energy dependent polymerization of resin-based composite. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.18, n.6, p.463-469, Sept. 2002.
17. HOFMANN, N.; HUGO, B.; KLAIBER, B. Effect of irradiation type (LED or QTH) on photo-activated composite shrinkage strain kinetics, temperature rise, and hardness. *Eur. J. Oral Sci.*, Copenhagen, v.110, n.6, p.471-479, Dec. 2002.
18. HOFMANN, N.; HILTL, O.; HUGO, B.; KLAIBER, B. Guidance of shrinkage vectors vs. irradiation at reduced intensity for improving marginal seal of class V resin-based composite restorations in vitro. *Oper. Dent.*, Seattle, v.27, n.5, p.510-515, Sept./ Oct. 2002.

19. IMAZATO, S.; TARUMI, H.; KOBAYASHI, K.; HIRAGURI, H.; ODA, K.; TSUCHITANI, Y. Relationship between the degree of conversion and internal discoloration of light-activated composite. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.14, n.1, p.23-30, June 1995.
20. JANDT, K.D.; MILLS, R.W.; BLACKWELL, G.B.; ASHWORTH, S.H. Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LED). *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.16, n.1, p.41-47, Jan. 2000.
21. KIM, J.G.; CHUNG, C.M. Trifunctional methacrylate monomers and their photocured composites with reduced curing shrinkage, water sorption, and water solubility. *Biomaterials*, Guildford, v.24, n.21, p.3845-3851, Sept. 2003.
22. KIM, S.H.; WATTS, D.C. Polymerization shrinkage-strain kinetics of temporary crown and bridges materials. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.1, p.88-95, Jan. 2004.
23. KINOMOTO, Y.; TORII, M.; TAKESHIGE, F.; EBISU, S. Comparison of polymerization contraction stresses between self and light-curing composites. *J. Dent.*, Bristol, v.27, n.5, p.383-389, July 1999.
24. KLEVERLAAN, C.J.; DE GEE, A.J. Curing efficiency and heat generation of various resin composites cured with high-intensity halogen lamps. *Eur. J. Oral Sci.*, Copenhagen, v.112, n.1, p.84-88, Feb. 2004.
25. KNEZEVIC, A.; TARLE, A.; MENIGA, A.; SUTALO, J.; PICHLER, G.; RISTIC, M. Degree of conversion and temperature rise during

- polymerization of composite resin samples with blue diodes. *J. Oral Rehabil.*, Oxford, v.28, n.6, p.586-591, June 2001.
26. KURACHI, C.; TUBOY, A.M.; MAGALHÃES, D.V.; BAGNATO, V.S. Hardness evaluation of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.17, n.4, p.309-315, July 2001.
27. MILLS, R.W.; UHL, A.; BLACKWELL, G.B.; JANDT, K.D. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: Barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. *Biomaterials*, Guildford, v.23, n.14, p.2955-2963, July 2002.
28. MOIN JAN, C.; NOMURA, Y.; URABE, H.; OKAZAKI, M.; SHINTANI, H. The relationship between leachability of polymerization initiator and degree of conversion of visible light-cured resin. *J. Biomed. Mater. Res.*, New York, v.58, n.1, p.42-46, 2000.
29. MOON, H.J.; LEE, Y.K.; LIM B.S.; KIM, C.W. Effects of various light curing methods on the leachability of uncured substances and hardness of a composite resin. *J. Oral Rehabil.*, Oxford, v.31, n.3, p.258-264, Mar. 2004.
30. NOMOTO, R. Effect of light wavelength on polymerization of light cured resins. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.16, n.1. p.60-73, June 1997.
31. NOMOTO, R.; HIRASAWA, T. Evaluation of the amount of residual monomer on UDMA-based resins by FTIR. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.18, n.2, p.176-183, June 1999.

32. OBICI, A.C.; SINHORETI, M.A.C.; DE GOES, M.F.; CONSANI, S.; SOBRINHO, L.C. Effect of the photo-activation method on polymerization shrinkage of restorative composites. *Oper Dent.*, Seattle, v.27, n.2, p.192-198, Mar./ Apr. 2002.
33. PALIN, W.M.; FLEMING, G.J.P.; BURKE, F.J.T.; MARQUIS, P.M.; RANDALL, R.C. Monomer conversion versus flexure strength of a novel dental composite. *J. Dent.*, Bristol, v.31, n.8, p.341-351, Nov. 2003.
34. PARK, Y.J.; CHAE, K.H.; RAWLS, H.R. Development of a new photoinitiation system for dental light-cure composite resins. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.15, n.2, p.120-127, Mar. 1999.
35. PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN, E. Determination of in vitro gap formation of resin composites. *J. Dent.*, Bristol, v.32, n.2, p.109-115, Feb. 2004.
36. PILO, R.; OELGIESSER, D.; CARDASH, H.S. A survey of output intensity and potential for depth of cure among light-curing units in clinical use. *J. Dent.*, Bristol, v.27, n.3, p.235-241, Mar. 1999.
37. POULOS, J.G.; STYNER, D.L. Curing lights: changes in intensity output with use over time. *Gen. Dent.*, Chicago, v.45, n.1, p.70-73, Jan./ Feb. 1997
38. PRICE, R. B.; RIZKALLA, A.S.; HALL, G.C. Effect of stopped light exposure on the volumetric polymerization shrinkage and bulk modulus of dental composites and an unfilled resin. *Am. J. Dent.*, San Antonio, v.13, n.4, p.176-180, Aug. 2000.

39. RAHIOTIS, C.; KAKABOURA, A.; LOUKIDIS, M.; VOUGIOUKLAKIS, G. Curing efficiency of various types of light-curing units. *Eur. J. Oral Sci.*, Copenhagen, v.112, n.1, p.89-94, Feb. 2004.
40. RUEGGBERG, F.A.; CAUGHMAN, W.F.; CURTIS Jr., J.W. Effect of light intensity and exposure duration on cure of resin composite. *Oper. Dent.*, Seattle, v.19, n.1, p.26-32, Jan./ Feb. 1994.
41. SAKAGUCHI, R.L.; BERGE, H.X. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J. Dent.*, Bristol, v.26, n.8, p.695-700, Nov. 1998.
42. SAKAGUCHI, R.L.; DOUGLAS, W.H.; PETERS, M.C. Curing light performance and polymerization of composite restorative materials. *J. Dent.*, Bristol, v.20, n.3, p.183-188, June 1992.
43. SAKAGUCHI, R.L.; WILTBANK, B.D.; MURCHISON, C.F. Contraction force rate of polymer composites is linearly correlated with irradiance. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.4, p.402-407, May 2004.
44. SAKAGUCHI, R.L.; WILTBANK, B.D.; SHAH, N.C. Critical configuration analysis of four methods for measuring polymerization shrinkage strain of composites. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.4, p.388-396, May 2004.
45. SHARP, L.J.; CHOI, I.B.; LEE, T.E.; SY, A.; SUH, B.I. Volumetric shrinkage of composites using video-imaging. *J. Dent.*, Bristol, v.31, n.2, p.97-103, Feb. 2003.

46. SILVERSTEIN, R.M.; WEBSTER, F.X. *Identificação espectrométrica de compostos orgânicos*. 6.ed. Rio de Janeiro: Livros Técnicos e Científicos Editora, 2000. p.67-135.
47. STAHL, F.; ASHWORTH, S.H.; JANDT, K.D.; MILLS, R.W. Light-emitting diode (LED) polymerization of dental composites: flexural properties and polymerization potential. *Biomaterials*, Guildford, v.21, n.13, p.1379-1385, July 2000.
48. SWANSON, T.; DUNN, W.J., CHILDERS, D.E., TALOUMIS, L.J. Shear bond strength of orthodontic brackets bonded with light-emitting diode curing units at various polymerization times. *Am. J. Orthod. Dentofacial Orthop.*, St. Louis, v.125, n.3, p.337-341, Mar. 2004
49. TARLE, Z.; MENIGA, A.; KNEZEVIC, A.; SUTALO, J.; RISTIC, M.; PICHLER, G. Composite conversion and temperature rise using a conventional, plasma arc and a experimental blue LED curing unit. *J. Oral Rehabil.*, Oxford, v.29, n.7, p.662-667, June 2002.
50. TESHIMA, W.; NOMURA, Y.; TANAKA, N.; URABE, H.; OKAZAKI, M.; NAHARA, Y. ESR study of canforoquinone/ amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. *Biomaterials*, Guildford, v.24, n.12, p.2097-2103, May 2003.
51. TSAI, P.C.; MEYERS, I.A.; WALSH, L.J. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing lights. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.4, p.364-369, May 2004.

52. UHL, A.; MILLS, R.W.; JANDT, K.D. Photoinitiator dependent composite depth of cure and Knoop hardness with halogen and LED light curing units. *Biomaterials*, Guildford, v.24, n.10, p.1787-1795, May 2003.
53. UHL, A.; MILLS, R.W.; JANDT, K.D. Polymerization and light-induced heat of dental composites cured with LED and halogen technology. *Biomaterials*, Guildford, v.24, n.10, p.1809-1820, May 2003.
54. UHL, A.; SIGUSCH, B.W.; JANDT, K.D. Second generation LEDs for the polymerization of oral biomaterials. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.1, p.80-87, Jan. 2004.
55. UHL, A.; MICHAELIS, C.; MILLS, R.W.; JANDT, K.D. The influence of storage and indenter load on the Knoop hardness of dental composites polymerized with LED and halogen technologies. *Dent. Mater.*, Copenhagen, v.20, n.1, p.21-28, Jan. 2004.
56. VENHOVEN, B.A.M.; DE GEE, A.J.; DAVIDSON, C.L. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. *Biomaterials*, Guildford, v.17, n.24, p.2313-2318, Dec. 1996.
57. VERSLUIS, A.; TANTBIRONJN, D; DOUGLAS, W.H.; Do dental composites always shrink toward the light? *J. Dent. Res.*, Chicago, v.77, n.6, p.1435-1445, June 1998.
58. YAP, A.U.J.; SOH, M.S.; SIOW, K.S. Post-gel shrinkage with pulse activation and soft-start polymerization. *Oper. Dent.*, Seattle, v.27, n.1, p.81-87, Jan./ Feb. 2002.

59. YAP, A.U.J.; WANG, H.B.; SIOW, K.S.; GAN, L.M. Polymerization shrinkage of visible-light-cured composites. *Oper. Dent.*, Seattle, v.25, n.2, p.98-103, Mar./ Apr. 2000.
60. YOON, T.H.; LEE, Y.K.; LIM, B.S.; KIM, C.W. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. *J. Oral Rehabil.*, Oxford, v.29, n.12, p.1165-1173, Dec. 2002.

9. Anexos

Tabela A1 - Dados originais de medida de contração de polimerização

Materiais e fontes de luz	Repetição	Medida contração (μm)	Medida final (μm)	Contração (%)
Filtek Z250 LH	1	20	1660	1,1904
	2	22	1790	1,2141
	3	14	2064	0,6737
	4	25	2523	0,9811
	5	29	2626	1,0922
	6	21	2089	0,9952
	7	24	2348	1,0118
	8	29	2545	1,1266
	9	19	1896	0,9921
	10	23	2091	1,0879
Filtek Z250 LED	1	16	1470	1,0767
	2	21	1840	1,1284
	3	20	1810	1,0928
	4	19	1905	0,9875
	5	21	1597	1,2978
	6	21	1956	1,0622
	7	20	1816	1,0893
	8	20	1615	1,2232
	9	20	1647	1,1997
	10	18	1702	1,0465
Filtek P60 LH	1	23	1908	1,1910
	2	18	1553	1,1457
	3	22	1936	1,1235
	4	16	1572	1,0075
	5	17	1604	1,0487
	6	17	1374	1,2221
	7	18	1400	1,2693
	8	17	1687	0,9976
	9	22	1700	1,2775
	10	18	1813	0,9830
Filtek P60 LED	1	21	2411	0,8634
	2	16	1694	0,9356
	3	19	1942	0,9688
	4	15	1428	1,0393
	5	17	1612	1,0435
	6	16	1618	0,9791
	7	15	1947	0,7645
	8	19	1603	1,1713
	9	19	1868	1,0068
	10	17	1856	0,9076

Tabela A2 - Dados originais de medida da área das bandas nos espectros de absorção da luz pelos materiais

Materias e fontes de luz	Repetição	Medida da área ligação C=O	Medida da área ligação C=C alifática
Filtek Z250 LH	1	1,3242	0,3937
	2	1,4412	0,4497
	3	1,5153	0,4742
Filtek Z250 LED	1	1,5752	0,4799
	2	1,5221	0,4631
	3	1,3945	0,4268
Filtek P60 LH	1	2,0313	0,5828
	2	2,2821	0,6646
	3	2,1835	0,6516
Filtek P60 LED	1	2,3422	0,6736
	2	2,2515	0,6738
	3	2,1241	0,6413
Monômero Filtek Z250	1	1,4625	1,3214
Monômero Filtek P60	1	2,1454	1,8631

CARLO, H.L. *Estudo da contração de polimerização e grau de conversão de resinas compostas em função de diferentes aparelhos fotopolimerizadores*. 2004. 131f. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.

Resumo

O objetivo deste trabalho foi avaliar a contração de polimerização linear e o grau de conversão de duas marcas comerciais de resinas compostas, com composições semelhantes, sendo uma de uso em dentes anteriores e posteriores (Filtek Z250) e outra para uso em dentes posteriores (Filtek P60). Também foi avaliado o efeito de diferentes fontes de luz nesse processo, utilizando-se para isso aparelho de luz halógena (Degulux - Degussa) e aparelho LED de alta intensidade (Ultrablue IS - DMC). Dessa forma, os materiais e fontes de luz foram divididos em quatro grupos: Grupo 1 - resina Filtek Z250 polimerizada com o aparelho de luz halógena (LH); Grupo 2 - resina Filtek Z250 polimerizada com aparelho LED (LED); Grupo 3 - resina Filtek P60 polimerizada com o aparelho de luz halógena (LH); Grupo 4 - resina Filtek P60 polimerizada com o aparelho LED (LED). A contração de polimerização foi medida com a inserção dos materiais em um anel plástico e a mensuração das alterações realizada por um instrumento eletrônico de medida linear com sensibilidade para 1 μm . O grau de conversão foi obtido através de teste de espectrometria no infravermelho por transformações de Fourier (FTIR), onde foram analisados os

picos dentro das bandas de interesse nos valores de 1.646 cm^{-1} e 1.731 cm^{-1} , correspondentes às ligações C=C alifática e C=O respectivamente. Os resultados foram submetidos à análise estatística de Variância e teste de Tukey ($\alpha = 0,05$), os quais permitiram concluir que: a contração de polimerização de diferentes materiais (Filtek Z250 e Filtek P60) apresentou comportamento diferente mediante a mesma fonte luz (LED); o grau de conversão dos materiais apresentou-se estatisticamente semelhante em relação aos materiais e aparelhos fotopolimerizadores; o aparelho LED (Ultrablue IS) apresentou resultados de contração de polimerização e conversão de monômeros que permitem que seja utilizado como uma alternativa a aparelhos de luz halógena.

Palavras chave: Resinas compostas; Fotopolimerizador.

CARLO, H.L. Polymerization shrinkage and degree of conversion of composite resin by different light curing. 2004. 131f. Dissertação (Mestrado em Dentística Restauradora) - Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.

Abstract

The aim of this work was to evaluate the linear polymerization shrinkage and the degree of conversion of two commercial composite resins, with similar compositions, being one of use in anterior and posterior teeth (Filtek Z250) and other for use in posterior teeth (Filtek P60). The effect of different light sources was also evaluated in that process, and were used for that an halogen light curing (Degulux - Degussa) and a LED light curing of high intensity (Ultrablue IS - DMC). In that way, the materials and light sources were divided in four groups: Group 1 - Filtek Z250 resin cured with the halogen light curing (QHT); Group 2 - Filtek Z250 cured with LED light curing (LED); Group 3 - Filtek P60 resin cured with the halogen light curing (QHT); Group 4 - Filtek P60 cured with the LED light curing (LED). The polymerization shrinkage was measured with the insert of the materials in a plastic tube and the values of the alterations accomplished by an electronic instrument of linear measure with sensibility for 1 μ m. The conversion degree was obtained through Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR), where the picks were analyzed inside of the bands of interest in the values of 1.646 cm^{-1} and 1.731 cm^{-1} , corresponding to the connections C=C aliphatic and

C=O respectively. The results were submitted to the statistical analysis of Variance and test of Tukey ($\alpha = 0,05$), which allowed to end that: the polymerization shrinkage of different materials (Filtek Z250 and Filtek P60) presented different behavior with the use of the same light source (LED); the degree of conversion of the materials came similar in relation to materials and light sources; the LED light curing (Ultrablue IS) presented results of polymerization shrinkage and degree of conversion that allow it to be used as an alternative to QHT light curing units.

Key words: Composite resins; Light curing.