

SIMONE DA CUNHA PEREIRA LOPES

**AVALIAÇÃO DE LEDS DE SEGUNDA E TERCEIRA GERAÇÃO,
SOBRE A DUREZA E O GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS
COMPOSTAS EM TEMPOS E PROFUNDIDADES DIFERENTES**

CAMPO GRANDE
2016

SIMONE DA CUNHA PEREIRA LOPES

**AVALIAÇÃO DE LEDS DE SEGUNDA E TERCEIRA GERAÇÃO,
SOBRE A DUREZA E O GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS
COMPOSTAS EM TEMPOS E PROFUNDIDADES DIFERENTES**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia nível de Mestrado da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato grosso do Sul para obtenção do título de Mestre.

Orientador: Prof. Dr. José Luiz Guimarães de Figueiredo

CAMPO GRANDE
2016

SIMONE DA CUNHA PEREIRA LOPES

**AVALIAÇÃO DE LEDS DE SEGUNDA E TERCEIRA GERAÇÃO,
SOBRE A DUREZA E O GRAU DE CONVERSÃO DE RESINAS
COMPOSTAS EM TEMPOS E PROFUNDIDADES DIFERENTES**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-graduação em Odontologia nível de Mestrado da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul para obtenção do título de Mestre.

Resultado _____ (Aprovado/Reprovado)

Campo Grande (MS), _____ de _____ de 2016.

BANCA EXAMINADORA

Prof. Dr. José Luiz Guimarães de Figueiredo _____

Instituição: Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof^a. Dr^a. Benícia Carolina Iaskievicz Ribeiro _____

Instituição: Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

Prof^a. Dr^a. Nara Rejane Santos Pereira _____

Instituição: Universidade Federal de Mato Grosso do Sul

DEDICATÓRIA

A Deus por iluminar sempre meus passos.

Ao meu amado esposo Moacyr Lopes da Silva Júnior, pelo incentivo de sempre, pelo amor, companheirismo, paciência, e muitos outros adjetivos a serem acrescentados, mas o principal foi que sem seu empenho, eu não chegaria aqui, “você sabe disso”.

À minha tão amada irmã Rosana da Cunha Pereira (*in memoriam*) que nos deixou tão cedo, pois tive que buscar força em ti para prosseguir. Tentando sempre me lembrar de nossos abraços tão cheios de carinho, ternura e amor, do seu sorriso e tudo... em você, te amo sempre.

Ao meu querido, Irmão Emanuel Rogério da Cunha Pereira, por fazer parte do meu caminho, mesmo distante, sua presença é constante em minha vida.

Aos meus queridos filhos, Lunna Cunha Silva, Lucas Cunha Lopes e Isabela Cunha Lopes Obrigada por tudo, pela paciência, peço desculpas pela ausência em muitos momentos. Amo vocês.

Às minhas doces e lindas netas, Maria Eduarda Cunha Aguirre e Maria Clara Maffissoni Lopes.

AGRADECIMENTOS

Ao Prof. Dr. José Luiz Guimarães de Figueiredo, pelo empenho de sempre, pela orientação e zelo com seus orientados.

À querida Prof^a. Dr^a. Benícia Carolina Iaskieviscz Ribeiro, pela paciência e compreensão. Pude nesse tempo perceber que, além de uma ótima profissional, sua sensibilidade demonstrando seu lado humano.

Ao Prof. Dr. Samuel Leite, por ser sempre receptivo e pronto a ajudar.

Ao Dr. Keurison Magalhães, pela grande ajuda laboratorial.

Ao Prof. Dr. Além-Mar Bernardes Gonçalves, pelas grandes ideias a mim sugeridas e pelo convívio.

Ao Programa de Pós-graduação em Odontologia da Faculdade de Odontologia da Universidade Federal de Mato Grosso do Sul e seus funcionários.

À Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior (CAPES) pela bolsa de estudos.

Ao Laboratório de Óptica e Fotônica – CCET/UFMS.

Ao Laboratório de Materiais do Instituto de Física da UFMS.

Empresa Ultradent do Brasil.

*Melhor do que a criatura
Fez o criador a criação.
A criatura é limitada.
O tempo, o espaço,
Normas e costumes.
Erros e acertos.
A criação é ilimitada.
Excede o tempo e o meio.
Projeta-se no Cosmos.*

(Cora Coralina)

RESUMO

LOPES, SCP. **Avaliação de LEDS de segunda e terceira geração, sobre a dureza e o grau de conversão de resinas compostas em tempos e profundidades diferentes.** Campo Grande, 2016. [Dissertação - Universidade Federal de Mato Grosso do Sul].

O objetivo deste estudo foi avaliar a eficácia de polimerização de resinas compostas utilizando LEDs por meio da espectroscopia FTIR e medida de dureza *Vickers*. Ambas análises foram realizadas utilizando os mesmos corpos de prova no topo e na base. Foram empregadas resinas microhíbridas Vit-I-escence™ (Ultradent®) e uma nanoparticulada Filtek Supreme (3M ESPE™) matiz B1. Os corpos de prova foram obtidos utilizando-se uma matriz metálica circular confeccionada em alumínio com diâmetro externo de 26 mm, exibindo uma perfuração central de 5 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade. Foram formados os grupos microhíbridos (GMs), e nanoparticulados (GNs) distribuídos em subgrupos em relação à profundidade 2 mm (n=5), 4 mm (n=5) e 6 mm (n=5). Essas profundidades foram alcançadas utilizando as próprias matrizes metálicas para estabelecer a distância. Todos fotopolimerizados diretamente sobre a resina ou sobre a matriz, com relação ao tempo de 10 segundos (s) e 20 s. Utilizando o LED Radian Cal com intensidade de luz de 1.200 mW/cm² no modo ramp, configurando densidades de energias radiantes de 12 J/cm² e 24 J/cm² e Valo® (Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA) intensidade de luz de 1.000 mW/cm² (programa *Standart*) com 10 J/cm² e 20 J/cm². O teste estatístico Mann-Whitney foi empregado na comparação entre os LEDs e entre resinas, em relação à microdureza e ao fator de conversão FTIR. Os demais resultados deste estudo foram apresentados na forma de estatística descritiva ou na forma de tabelas e gráficos. A análise estatística foi realizada por meio do programa estatístico SigmaPlot, versão 12.5, considerando um nível de significância de 5%. Os resultados referentes à microdureza dos corpos de prova., tanto no topo, como na base, em todas as profundidades analisadas (2, 4 e 6 mm), usando os LEDs Valo e Radian e nos tempos 10 e 20 segundos, a microdureza dos corpos de prova feitos em resina GN, foi significativamente maior do que aqueles feitos em resina GM (teste de Mann-Whitney, p<0,001. O FTIR dos corpos de prova feitos com a resina GM foi inferior àqueles do GN. Os resultados referentes à dureza encontrados, neste estudo, demonstraram que o GN obteve os maiores valores de resistência à indentação tanto no topo, como na base, em todas as profundidades analisadas (2, 4 e 6 mm), utilizando ambos LEDs, Valo 1000 mW/cm² (densidades de energias radiantes de 10 J/cm² e 20 J/cm²) e Radian 1,200 mW/cm² (12 J/cm² e 24 J/cm²), nos tempos 10 e 20 segundos. De modo contrário, os corpos de prova do GM, quando comparados ao GN, obtiveram, em geral, menor dureza e resistência mecânica, mas mesmo menor, o resultado ainda foi estatisticamente significativo (<0,001). Concluiu-se que na comparação entre os LEDs, no GN, a dureza dos corpos de prova fotopolimerizados com o LED Valo foi mais eficaz do que a microdureza dos corpos de prova fotopolimerizados pelo LED Radian.

Palavras-chave: Polimerização. Espectroscopia Infravermelho Transformada de Fourier. Nanotecnologia. Fotorradiação. Espectro de Ação.

ABSTRACT

LOPES, SCP. **LEDs second and third generation evaluation on the hardness and the degree of conversion composites at different times and depths.** Campo Grande, 2016. [Dissertação- Federal University of Mato Grosso do Sul].

The aim of this study was to evaluate the efficacy of polymerization of composite resins using LEDs by FTIR spectroscopy and measurement of Vickers hardness. Both analyzes were performed using the same specimens on the top and bottom. It was applied microhybrid resins Vit-I-escence™ (Ultradent®) and a nanoparticulate Filtek Supreme (3M ESPE™) B1. Specimens were obtained using a circular metal disk made of aluminium having a 26 mm diameter and exhibiting a central bore of 5 mm diameter and 2 mm depth. The groups microhíbridos (GM) and the nanoparticles (GN) were formed and divided into subgroups using the depth of 2 mm (n = 5), 4 mm (n = 5) and 6 mm (n = 5). These depths were achieved using the metal disks to establish the distance. All of them were photopolymerized directly on the resin or on the disks utilising 10 and 20 seconds. Using the LED Radii lime light intensity 1,200 mW / cm² in the ramp mode, radiant energy density setting 12 J / cm² and 24 J / cm², Valo® (Ultradent, South Jourdan, Utah, USA) light intensity 1,000 mW / cm² (Standard program) 10 J / cm² and 20 J / cm². The Mann-Whitney statistical test was used to make a comparison between the LEDs and the resins, in relation to the hardness and the conversion factor FTIR. The other results of this study were presented in the form of descriptive statistics or in the form of tables and graphs. Statistical analysis was performed using the statistical program SigmaPlot version 12.5, considering a 5% significance level. The results concerning the hardness of the specimens (Both at the top and at the bottom) at all depths analysed (2, 4 and 6 mm), using Valo and Radii LEDs(10 and 20 seconds) demonstrated that the hardness of specimens made of resin GN was significantly higher than those made in GM resin, (Mann-Whitney test, p <0.001. The FTIR of the specimens made with GM resin was lower than the GN ones. The results of the hardness found out in this study proved that the GN obtained the largest indentation resistance values both at the top and at the bottom, at all depths analysed (2, 4 and 6 mm), using both LEDs Valo 1000 mW / cm² (radiant energy density 10 J / cm² and 20 J / cm²) and Radii 1,200 mW / cm² (12 J / cm² and 24 J / cm²) utilising 10 and 20 seconds. On the other hand, the GM specimens when compared to the GN ones, in general obtained lower hardness and mechanical strength. But even with lower results, it was statistically significant (<0.001). In this comparison study between the LEDs using the GN, it was proved that the hardness of the polymerised specimens with Valo LED was more effective than the hardness of the specimens by LED Radii.

Keywords: Polymerization. Infrared Fourier Transform Spectroscopy. Nanotechnology. Photoradiation. Action spectrum.

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 - Resultados referentes à microdureza dos corpos de prova, mensurados no topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, nas resinas GM e GN fotopolimerizados pelos LEDs Valo e Radian, nos tempos 10 e 20 segundos..... 55

Tabela 2 - Resultados referentes ao fator de conversão (FTIR) dos corpos de prova, mensurados no topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, nas GM e GN, fotopolimerizados pelos LEDs Valo e Radian, nos tempos 10 e 20 segundos.....60

LISTA DE FIGURAS

Figura 1 - Foto: Resinas compostas Vit-escence TM (Ultradent [®]) 2,5 g; Filtek Supreme (3MESPE TM) 4g.....	41
Figura 2 - Foto dos componentes para a confecção dos corpos de prova.....	44
Figura 3 - Desenho esquemático dos componentes para o preparo da amostra.....	44
Figura 4 - Foto A do LED Valo [®] intensidade de luz 1.000 mW/cm ² , B LED Radian Cal [®] SDL intensidade de luz 1.200 mW/cm ²	45
Figura 5 - Espectrômetro Ocean Optics USB4000 na faixa entre 200-1100 nm utilizado para medir o espectro dos LDEs.....	46
Figura 6 – A LED VALO intensidade de luz 1134.....	47
Figura 7 – B LED Radian intensidade de luz 958.....	47
Figura 8 – B LED Radian intensidade de luz 958.....	47
Figura 9 - PerkinElmer Spectrum 100 FTIR.....	48
Figura 10 - Foto do corpo de prova sendo inserido e em posição para iniciar a leitura no FTIR.....	49
Figura 11- Foto do Microdurômetro Shimadzu HMV-2 Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan.....	49
Figura 12 - Foto do corpo de prova posicionado no microdurômetro, realizando indentação.....	50
Figura 13 – Desenho esquemático das posições em que foram realizadas as indentações.....	50
Figura 14 – Foto da indentação GN subgrupo 4 mm tempo 10 segundos.....	51
Figura 15 - Hierarquia das análises laboratoriais após a confecção dos corpos de prova.....	52
Figura 16 - Gráfico apresentando os espectros de comprimento de onda antes de seu emprego.....	54
Figura 17 - Gráfico apresentando a microdureza no topo dos corpos de prova, a 10 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo e Radian, nas profundidades de 2, 4 e 6 mm	56

Figura 18 - Gráfico apresentando a microdureza no topo dos corpos de prova, a 20 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo e Ralii, nas profundidades de 2, 4 e 6 milímetros.....	56
Figura 19 - Gráfico apresentando a microdureza na base dos corpos de prova, a 10 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo e Ralii, nas profundidades de 2, 4 e 6 milímetros.....	57
Figura 20 - Gráfico apresentando a microdureza na base dos corpos de prova, a 20 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo e Ralii, nas profundidades de 2, 4 e 6 mm.....	57
Figura 21 - espectros do GN – subgrupo 4 mm.....	59
QUADRO 1 – Categoria dos grupos e das marcas comerciais, número do lote, matriz orgânica, composição da carga, tamanho médio das partículas de carga (µm) e conteúdo de carga Wt% segundo a descrição de cada fabricante.....	42
QUADRO 2 – Resina: grupo microhíbrido (GM*), Resina: grupo nanoparticulado (GN*) e seus subgrupos em profundidades de 2 mm, 4mm, 6mm, tempos 10s e 20s, LED: Valo ®.....	42
QUADRO 3 – Resina: grupo microhíbrido (GM*), Resina: grupo nanoparticulado (GN*) e seus subgrupos em profundidades de 2mm, 4mm, 6mm, tempos 10s e 20s, LED: Ralii Cal ® SDI.....	43
QUADRO 4 - Descrição de cada aparelho, segundo seus fabricantes, sobre Programa, diâmetro, intensidade de luz, intervalo de comprimento de onda.....	46

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

ANOVA	Análise de Variância
Abs	Absorbância
ATR	Refletância toral atenuada
BAPO	Óxido bis-aquil fosfínico
BisEMA	Bisfenol A dimetacrilato etoxilado
Bis-GMA	Bisfenol glicidil dimetacrilato
C=C	Duplas ligações de carbono
CDs	Cirurgiões-Dentistas
CP	Corpo de prova
CQ	Canforoquinona
°C	Graus Celsius
DPH	<i>diamond-pyramid hardness number</i>
FIG	Figura
FTIR	Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier
GC	Grau de conversão
GM	Grupo microhíbrida
GN	Grupo nanoparticulada
KHN	Knoop Hardnen Number
VHN	Vickers Hardnen Number
ISO	<i>International Standartdization Organization</i>
Jcm ⁻²	Joules por centímetro quadrado
KBr	Brometo de potássio
kgf	Quilograma força
kgf/mm ²	Quilograma forçapor milímetro quadrado
LED	Diodo emissor de luz
mm	Milímetro
mW/cm ²	MiliWatts por centímetro quadrado
µm	Micrômetro
N	Newton
N/mm ²	Newton por milímetro quadrado
nm	Nanômetro

RC	Resina composta
RCs	Resinas compostas
s	Segundos
TEGDMA	Trietileno glicol dimetacrilato
UDMA	Uretano dimetacrilato
UV	Ultravioleta
Wt%	<i>Weight Percentage</i>

SUMÁRIO

1 INTRODUÇÃO.....	14
2 REVISÃO DE LITERATURA.....	17
2.1 Resinas compostas (RCs).....	17
2.2 Aparelhos fotoativadores.....	19
2.3 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR).....	27
2.4 Grau de conversão (GC).....	28
2.5 Teste de dureza Vickers.....	30
3 OBJETIVOS.....	39
4 MATERIAL E MÉTODO.....	40
4.1 Resinas compostas.....	40
4.2 Grupos.....	42
4.3 Confecção dos corpos de prova	43
4.4 Especificações dos aparelhos fotopolimerizadores.....	45
4.5 Espectroscopia no infravermelho por transformada de Fourier (FTIR).....	47
4.6 Ensaio de Microdureza Vickers nas resinas.....	49
4.7 Análise estatística.....	51
4.8 Hierarquia das análises laboratoriais e estrutura dos grupos Estrutura dos grupos.....	52
5 RESULTADOS.....	53
6 DISCUSSÃO.....	61
7 CONCLUSÕES.....	71
REFERÊNCIAS.....	72

1 INTRODUÇÃO

Os fatores estéticos necessários na odontologia para a reconstrução de tecidos dentários comprometidos têm incentivado o desenvolvimento de materiais restauradores e aparelhos de fotoativação que sejam compatíveis entre si.

A polimerização das resinas compostas (RCs) depende de muitas condições intrínsecas, tais como o tipo de fotoiniciador, os monômeros, a composição das partículas de carga e o grau de translucidez do material. Uma polimerização inadequada pode estar relacionada com menores propriedades mecânicas das RCs, resultando num material restaurador comprometido que, provavelmente, terá uma influência negativa sobre a restauração e sua longevidade (PRICE et al., 2010).

As RCs atuais ainda são baseadas na formulação de Bowen, (1963) porém com algumas modificações. A matriz orgânica consiste de uma mistura de vários monômeros, tais como o bisfenol glicidil dimetacrilato (Bis-GMA) ou uretano dimetacrilato (esse último menos empregado) (UDMA), o bisfenol A dimetacrilato etoxilado (BisEMA), um análogo do BisGMA, trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), agente de união (silano), pigmentos e geralmente a canforoquinona (CQ), um fotoiniciador, que absorve luz num comprimento de onda de 470 nm (OGUNYINKA et al., 2007).

Uma das classificações das RCs se dá em relação ao tamanho das partículas que incorporam na sua carga inorgânica, denominadas de: micropartículas (0,01-0,06 μm) ou macropartículas (15-100 μm), híbridas (0,6-3,0 μm), microhíbridas (0,4-1,0 μm), nanoparticuladas (5-70 nm) e nanohíbridas (0,04-3,0 μm) (MELO JÚNIOR et al., 2011).

Um fator relevante para o sucesso e previsibilidade das restaurações em RCs é o seu grau de conversão (GC). E ele é considerado um fator para avaliação do sucesso da conversão dos monômeros em polímero (MACHADO et al., 2012).

O método de polimerização quer seja químico, fotoativado ou termoativado pode influenciar de maneira direta nos valores de dureza das resinas, segundo Caughman et al. (1995) são eficazes métodos para se medir o GC. Dentre esses, os fotoativados oferecem inúmeras vantagens sobre os sistemas anteriormente utilizados.

Com a evolução constante das RCs, várias tecnologias para as unidades de fotoativação tem sido desenvolvidas como os sistemas de luz visível, utilizando luz

halógena de quartzo tungstênio, arco de plasma, lasers e, mais recentemente, diodos emissores de luz (LEDs).

LED é um dispositivo semicondutor (transforma energia elétrica em térmica) à base de nitreto de gálio, que emite luz pela passagem de uma corrente elétrica formada por uma junção p-n (falta de elétrons - excesso de elétrons respectivamente). Ao aplicar a tensão entre os semicondutores, haverá passagem de elétrons da camada n para a p, gerando um fluxo de elétrons e receptores. Esse fluxo, resulta na emissão de fóton em espectro de luz estreito, entre 395-490 nm (FRANCO; LOPES, 2003). O processo de emissão de luz pela aplicação de uma fonte elétrica de energia é chamado eletroluminescência.

O LED parece apresentar a melhor tecnologia quando comparado com os outros tipos de fotopolimerizadores, por várias razões: espectro mais estreito orientado para o pico máximo de absorção do fotoiniciador a CQ, baixo consumo de energia, que permite o uso de baterias, ergonomia e dispositivos de dissipação de calor (PRICE et al., 2010)

É imperativo considerar em fotopolimerizadores o tipo de fonte de luz, a densidade de energia, geração de menos calor, um espectro específico e adequado, além de possuir características ergonômicas que possam aproximar sua ponta ativa, ao máximo da restauração em RC a ser fotopolimerizada. Essas características devem ser consideradas antes da sua aquisição (RANDOLPH et al., 2014).

E observando a existência no mercado odontológico, de aparelhos fotopolimerizadores com diferentes modelos de pontas, uma variação na distância de ponta pode reduzir de forma significativa a intensidade de luz disponível para fotoativação da RC (CORCIOLANI et al., 2008).

NOMOTO et al. (2009) relataram que a primeira geração de LED com (150-400 mW / cm² e uma potência de 1 W) não forneceu uma polimerização adequada, devido a baixa densidade de energia.

Desde então, a busca por LEDs mais eficazes propiciou o desenvolvimento de uma segunda geração desses dispositivos, com maior poder de intensidade, comparável à densidade de potência dos aparelhos com lâmpada halógena (>1000 mW / cm² e uma potência de 5 W) do que os modelos de primeira geração, proporcionando assim, uma melhora na fotopolimerização (CEBALLOS et al., 2009).

Tais buscas, levou ao desenvolvimento da terceira geração de LED (irradiância excede $1.100 \text{ mW} / \text{cm}^2$ e potência de 8 W) (SATSUKAWA et al., 2005).

Os LEDs de terceira geração têm melhorado significativamente o desempenho da polimerização em comparação com os dispositivos de primeira geração, e até mesmo alguns de segunda geração pelo amplo comprimento de onda (CATELAN et al., 2013).

A última geração têm comprimento de onda situado numa faixa espectral ampla entre 385-500 nm, e coincide com a faixa para ativar a CQ (SANTINI et al., 2012).

LEPRINCE et al. (2013) sugeriram que há um patamar ideal para a concentração de CQ e, uma vez acima deste, não há benefícios para o CG. A CQ é um pó de cor amarelo intenso. Sua incorporação em RCs de matizes mais claras e translúcidas é dificultada, o que pode levar, em alguns casos, a uma menor adição deste fotoiniciador, alterando as propriedades finais da RCs. Declaram ainda que, os fabricantes de RCs não descrevem todos os compostos químicos presentes, e nem a concentração dos mesmos. Tais informações tornam-se relevantes para o cirurgião-dentista (CD) compatibilizar a RC com o fotopolimerizador contribuindo assim nas propriedades finais da RC.

A busca na melhoria da efetividade da polimerização das RCs, frente a diferentes composições de produtos, proporcionaram a inserção de LEDs de terceira geração no mercado odontológico. No entanto, poucos estudos podem ser encontrados na literatura a respeito da influência desses fotoativadores nas propriedades mecânicas das RCs. Sua avaliação se faz necessária para que o uso dos mesmos possa ser realizado com segurança e evitar, ou se não, minimizar, os problemas gerados nas restaurações.

Com base nessas informações, este estudo objetivou avaliar a eficácia de polimerização de resinas compostas utilizando LEDs por meio da espectroscopia FTIR e medida de dureza Vickers nos mesmos corpos de prova (CP).

2 REVISÃO DE LITERATURA

2.1 Resinas compostas (RCs)

As RCs atuais ainda são baseadas na formulação de Bowen, (1963) constituídas basicamente por fases orgânica (matriz) e inorgânica (carga), porém com algumas modificações. A matriz orgânica consiste em uma mistura de vários monômeros, tais como o Bis-GMA peso molecular (PM) 512, ou resina de Bowen, uretano dimetacrilato (esse último menos empregado) (UDMA) PM 470, diluentes do BisEMA, bisfenol A dimetacrilato etoxilado PM 540, um análogo do BisGMA, trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA) PM 286, uma molécula linear flexível, ligações insaturadas nas extremidades, age como diluente e agente de ligação cruzada, melhorando as propriedades físicas das RCs, fotoiniciador geralmente a CQ, agente de união (silano), hidroquinona, modificador de cor (FERRACANE, 2011).

A combinação de monômeros tornou-se muito empregada na matriz orgânica em RC. Os monômeros contêm ligações duplas reativas e, quando polimerizados, formam ligações covalentes entre as cadeias de polímeros conhecidos como uma ligação cruzada. Essa ligação melhora as propriedades mecânicas e físicas da restauração em RC (OGLIARI et al., 2008).

Em relação à fase inorgânica: o primeiro tipo de carga incorporado aos materiais resinosos foi o quartzo, sendo utilizado até os dias atuais. Com o aperfeiçoamento dos compósitos odontológicos, outros tipos de carga foram incorporados, como a sílica coloidal e o vidro de fluorsilicato de alumínio. O bário e o estrôncio foram também adicionados para conferir radiopacidade ao material. Proporcionando grandes avanços obtendo resultados estéticos, nas (FERRAZ DA SILVA et al., 2008).

Tanto as fases, orgânica e inorgânica, influenciam o comportamento do material, mas características inerentes às partículas de carga estão diretamente relacionadas com a melhoria das propriedades mecânicas das RCs (MONTENEGRO et al., 2010).

Uma das classificações das RCs ocorre quanto ao tipo de polimerização: quimicamente ativadas ou fotoativadas ou, em relação ao tamanho das partículas que incorporam na sua carga inorgânica, denominadas de: micropartículas (0,01-

0,06 μm) ou macropartículas (15-100 μm), híbridas (0,6-3,0 μm), microhíbridas (0,4-1,0 μm), nanoparticuladas (5-70 nm) (MELO JÚNIOR et al., 2011).

As RCs microhíbridas foram desenvolvidas na década de 1990, elas possuem características com dois tamanhos de partículas de carga inorgânica, são uma mistura de micropartículas com macropartículas. Em sua maioria, apresentam de 10 a 20% em peso de micropartículas de sílica coloidal e entre 50-60% de macropartículas de vidro de metais pesados resultando num total de carga entre 75-80% em peso. Essas resinas contêm pequena porção de partículas de carga em escala nanométrica (abaixo de 0,4 μm ou 100 nm) e uma composição de partículas substancialmente maiores, que influenciam as propriedades ópticas e reduzem a manutenção do polimento (BERGER et al., 2009).

As RCs nanoparticuladas são capazes de oferecer excelente resistência ao desgaste e estética devido a sua excelente capacidade de polimento, retenção deste e aparência lustrosa. Segundo Chen (2010) elas apresentam somente partículas esféricas de tamanho nanométrico e por serem de tamanho diminuto, são distribuídas de maneira uniforme e ampla ao longo da matriz orgânica resinosa, com auxílio de uma agente silanizador; o que permite um aumento na quantidade de partículas de carga no material.

As RCs tornaram-se o material de preferência pela grande maioria dos CDs, pois proporcionam resultados estéticos nas restaurações, mimetizando os tecidos dentais, tornando-as imperceptíveis, pois atribuem um aspecto de naturalidade ao dente. E traz, ainda, a vantagem de não precisar desgastar remanescente dental sadio, pela técnica de união à dentina e esmalte, pois, é feita por adesividade, além da longevidade clínica, mesmo após longo prazo no meio oral (MENEZES et al., 2014).

As RCs são consideradas adequadas para as mais diversas situações clínicas. Seu sucesso clínico, tanto no que diz respeito à estética quanto à longevidade da restauração, depende não somente do clínico e das propriedades físico/químicas das RCs, mas também dos aparelhos fotopolimerizadores responsáveis por sua polimerização. Contudo, nenhuma atingiu ainda excelência de um material restaurador ideal (MELO JÚNIOR et al., 2011).

2.2 Aparelhos fotoativadores

Os aparelhos fotoativadores são utilizados para ativar fotoiniciadores presentes nas RCs. A região de interesse para a fotoativação de RC encontra-se entre 400-500 nm, com pico em 470 que representa o pico máximo de absorção da CQ. Esse fotoiniciador absorve os fótons e entram num estado reativo (triplete) que, ao interagirem com o coiniador (amina terciária), auxilia na formação de radicais livres (moléculas extremamente energéticas com elétrons sem par) que buscam ligações com monômeros formando complexo radical-monômero que compreenderá uma molécula maior o polímero (KARBHARI; STRASSLER, 2007).

A densidade de potência do fotopolimerizador influencia diretamente na formação dos radicais livres na RC. Quanto maior a possibilidade de alcançar mais fotoiniciadores, maior será a formação de radicais livres resultando no polímero. Dentre vários fatores que podem interferir na polimerização das RCs, os principais são o tempo de exposição, a intensidade de potência e o comprimento de onda (FRANCO; LOPES, 2003).

Há diferentes tipos de aparelhos de fotoativação disponíveis no mercado odontológico: lâmpadas halógenas ou fontes convencionais (QTH), emissores de luz de diodo (LED) - (*Light Emmitting Diode*), arco de plasma e laser de argônio, sendo as duas primeiras as mais utilizadas na odontologia (WENDL et al., 2004).

FRANCO e LOPES (2003) descrevem que os aparelhos com fontes halógenas para fotopolimerização das RCs geram luz por filamentos incandescentes de tungstênio que incide na geração de calor e emissão de luz visível branca em comprimentos de onda entre 400 a 500 nm. Essa faixa do espectro eletromagnético coincide com a faixa do fotoiniciador CQ.

Eles apresentam algumas vantagens como tecnologia de baixo custo, boa intensidade de potência e emitem luz num espectro mais amplo. Suas desvantagens são: lâmpadas, refletores e filtros redutores, degradam-se com o tempo por trabalharem em alta temperatura, o calor determina um tempo de vida limitado de aproximadamente entre 40 a 100 horas, dependendo da frequência e dos ciclos de “acende-apaga” aos quais é submetida e, por isso requererem mais manutenção (MACHADO et al., 2007).

De acordo com Kurachi et al. (2001), os primeiros aparelhos à base de LEDs apresentavam desvantagens: suas intensidades de luz eram muito baixas, variando

entre 80 e 300 mW/cm², o que ocasionava um menor eficiência de fotopolimerização.

Pereira et al. (2000) sugeriram que a intensidade de luz dos aparelhos fotopolimerizadores deveriam alcançar um valor mínimo de 400 mW/cm², para polimerizar incrementos de 2 mm de espessura.

Pereira et al. (2001) sugeriram polimerizar incrementos de 2 mm de espessura de RC por 40 segundos, evitando, dessa forma, o aquecimento excessivo do dente, do material restaurador e fornecendo à RC propriedades mecânicas ideais.

Pereira et al. (2003) descreveram que quando o o incremento possui extensão superior a 2 mm, a luz do aparelho pode não conseguir ultrapassar todas as camadas do material e as partículas mais profundas não serão fotoativadas. Isso pode resultar em presença de monômeros residuais o que, conseqüentemente, compromete o resultado final da restauração em resina.

Para substituir os aparelhos à base de LEDs de primeira geração e permitir a efetiva polimerização das restaurações de RCs, houve aumento da intensidade de luz desses aparelhos. Os aparelhos à base de LEDs de 2^a e 3^a gerações alcançam valores de intensidade de luz acima de 1000 mW/cm² (STEWARTSON et al., 2004).

O tempo de exposição, a intensidade ou densidade de potência de luz e o comprimento de onda são fatores que podem interferir na polimerização (RUEGGEBERG et al., 1993).

A densidade de potência de um aparelho fotopolimerizador está associada com o valor de saída de luz, que este pode fornecer por unidade de área de luz, define-se pela quantidade de fótons emitidos (mW/cm²). É importante ressaltar que a energia de um fóton isolado está relacionado com a sua localização no espectro eletromagnético que se refere ao comprimento de onda. E este é definido como a distância percorrida por uma energia emitida por luz num período cíclico. O processo pelo qual ocorre a polimerização tem relação direta com a intensidade de luz, quanto maior a quantidade de fótons que atingem o fotoiniciados da RC, maior o número de radicais livres, que iniciarão a reação (FRANCO; LOPES, 2003).

Quanto maior a intensidade, mais rápida é a taxa de polimerização. Adicionalmente, o aumento da taxa de polimerização, em consequência do aumento da intensidade, pode promover a redução do tamanho médio da cadeia polimérica

formada e levar à diminuição da extensão de ligações cruzadas, afetando diretamente a resistência ao desgaste e à dureza (DEB; SEHMI, 2003).

A utilização dos LEDs justifica-se pelo fato de eles possuírem longo tempo de vida útil (acima de 10.000 horas), pouca degradação com o passar do tempo e não necessitarem de filtros especiais devido ao estreito espectro de comprimento de onda emitido, que coincide com o pico de absorção ideal da CQ – 470nm, presente nas RCs que absorvem energia num espectro de luz visível azul, entre 400 a 500nm. Eles convertem energia elétrica diretamente em luz por eletroluminescência, o que proporciona um mínimo aquecimento, além disso, não emitem radiação infravermelha para a RC (TANGO et al., 2009).

Com relação ao aquecimento, Zach e Cohen (1965) relataram que procedimentos restauradores que elevaram a temperatura dental acima de 5,5°C desenvolveram um quadro inflamatório irreversível no órgão pulpar, induzindo à necrose de 15% dos dentes de macacos Rhesus avaliados.

A falta de manutenção dos aparelhos fotopolimerizadores faz com que a intensidade de luz resulte em materiais com polimerização inadequada. A aferição da intensidade de luz é importante para detectar alterações no desempenho do aparelho, pois há impossibilidade a olho nu dos CDs em verificar se a RC está fotopolimerizada com qualidade, pois a superfície da restauração vai geralmente apresentar-se com características de completa fotopolimerização (MARSON et al., 2010).

A taxa na qual um material fotoativado reage depende da densidade de potência e da distribuição espectral do fotopolimerizador e, ambos podem influenciar nas propriedades finais de uma restauração (ST-GEORGES et al., 2003).

LaTorre et al. (2003) descreveram que uma boa técnica de polimerização tem a intenção de aumentar as propriedades de dureza superficial, resistência à compressão, capacidade adesiva, e minimizar efeitos indesejados como contração de polimerização, presença de monômero residual e aumento da temperatura. E ainda, uma polimerização incompleta e a excessiva contração de polimerização podem deixar a restauração mais suscetível à variação da cor, e torná-la mais solúvel no ambiente oral possibilitando a microinfiltração marginal.

Rodrigues Júnior (2003) avaliou a influência de diferentes fontes luminosas e diferentes técnicas de polimerização na microinfiltração e na dureza de uma RC. Empregou resina Z250 na cor A2. Dispuseram grupos com polimerização

convencional e outros com a *soft-start*, compararam a luz halógena, o LED e o arco de plasma. Concluíram que não houve diferença significativa na infiltração marginal considerando as diferentes fontes luminosas e técnicas de polimerização. O teste de dureza revelou redução da dureza da resina com o aumento da profundidade, independentemente da fonte luminosa ou técnica empregada. Todas as formas de polimerização testadas, à exceção do arco de plasma, foram eficazes na polimerização da resina a 2 mm de profundidade.

Baggio et al. (2008) verificaram a interferência da distância da ponta do fotopolimerizador na dureza superficial da resina composta (RC). Foram utilizados: duas RCs, R1 - Filtek™ Z-250 (3M/ESPE), na cor B1, e R2 - Tetric Ceram (Ivoclar Vivadent), na cor Bleach XL; três aparelhos fotopolimerizadores – sendo dois à base de LEDs: F1 - Ultra-Lume™ LED 5 (Ultradent) e F2 - L.E.Demetron 1 (Demetron) – e um à base de lâmpada halógena: F3 - Optilux 401 (Demetron); e três distâncias – D1= 0mm, D2= 5mm e D3= 10mm. Confeccionaram 18 grupos (n=5) em matrizes metálicas com orifício central de 2mm de espessura e 5mm de diâmetro. Foram fotoativadas por 40 segundos, respeitando-se as distâncias D1, D2 e D3 e em seguida, armazenadas por 24 horas a seco e na ausência de luz. O teste de dureza Vickers foi realizado com carga de 50 gf/30 segundos. Os resultados evidenciaram que a resina R1 obteve resultados significativamente melhores quando fotoativada pelo aparelho F1, na distância D1 ($81,7 \pm 3,0$), com $p < 0,01$, sem diferenças significantes entre D2 ($68,5 \pm 3,3$) e D3 ($68,6 \pm 1,8$). Na resina R2, o aparelho F1 também obteve melhores resultados, sendo D1 ($40,2 \pm 1,4$) significativamente maior que D2 ($37,8 \pm 1,2$) e D3 ($36,9 \pm 1,2$), com $p < 0,05$. Concluiu-se que o aumento da distância da ponta do aparelho fotopolimerizador teve interferência direta na dureza superficial da RC.

Rastelli et al. (2008a) analisaram as alterações no GC e na temperatura da RC microhíbrida Filtek™ Z-250 (3M/ESPE) quando fotoativada com laser de argônio e LED (*light-emitting diode*) com diferentes densidades de potência. Utilizou-se matriz metálica (2 mm de espessura, 4 mm de diâmetro) inserindo nela a RC e fotoativada das seguintes maneiras: com laser de argônio contínuo e com uma unidade fotoativadora à base de LEDs com densidades de potência de 100, 400, 700 e 1000 mW/cm² por 20s, para a técnica utilizando pastilha de brometo de potássio (KBr). As mensurações para o GC foram realizadas em espectrofotômetro FTIR. Outras espécimes foram confeccionadas de modo idêntico ao descrito

anteriormente, para aferições das mudanças de temperatura, um termopar foi acoplado ao multímetro permitindo as leituras de temperatura. Os resultados demonstraram que os valores de GC variaram entre 35,0 e 50,0% (100 a 1000 mW/cm²) para o laser de argônio e de 41,0 a 49% (100 a 1000 mW/cm²) para o LED. Para a temperatura, os valores variaram de 1,1 a 13,1°C (100 a 1000 mW/cm²) para o laser de argônio e de 1,9 a 15°C (100 a 1000 mW/cm²) para o LED. Concluíram que as densidades de potência apresentaram efeito significativo tanto sobre o GC quanto nas alterações de temperatura para ambas as unidades fotoativadoras.

Rastelli et al. (2008b) aferiram o efeito de diferentes densidades de potência e tempos de irradiação sobre o GC e aumento da temperatura da resina no processo de fotoativação. Empregaram tempos de irradiação de 5, 10 e 20 s, e as densidades de potência variaram entre 50 e 1000 mW/cm². Os GCs foram alcançados por meio da espectroscopia (FTIR) de pastilhas de KBr associados à resina em teste, para determinar as porcentagens de duplas ligações carbônicas não-reagidas. As leituras de temperatura foram realizadas empregando um termopar acoplado a um multímetro. Ambos apresentaram efeito significativo no GC e aumento de temperatura da RC microhíbrida.

Silva et al. (2008) avaliaram a influência do modo de fotopolimerização sobre o GC e propriedades mecânicas de duas RCs, sendo uma híbrida (Filtek™ P60) e uma nanoparticulada (Filtek™ Supreme). Fotoativaram os compósitos por meio de três modos: convencional (650 mW/cm² por 30 s), alta intensidade (1000 mW/cm² por 20 s) e gradual (100 – 1000 mW/cm² por 10 s + 1000 mW/cm² por 10 s). Mensurou o GC por meio da espectroscopia FT-Raman. A resistência e o módulo flexurais foram obtidos a partir de espécimes em forma de barra submetidos ao teste de flexão de três pontos. A dureza foi avaliada pela endentação *Knoop*. Os resultados evidenciaram que para o GC o modo de fotoativação de alta intensidade foi superior aos demais, seguido pelo convencional, bem com a resina híbrida mostrou-se superior à nanoparticulada. Na análise da dureza *Knoop*, a propriedade foi significativamente influenciada pelo modo de fotoativação, demonstrando superioridade do modo de alta intensidade. A resina híbrida apresentou resistência e módulo flexurais maiores do que a nanoparticulada, enquanto que, para o teste de dureza não foi encontrada diferença entre elas. Sugeriram que os compósitos

nanoparticulados podem apresentar menor GC e propriedades mecânicas reduzidas quando comparados com os compósitos híbridos.

Silvia et al. (2008) avaliaram a efetividade de polimerização dos diferentes aparelhos LEDs. Eles utilizaram 200 CP com resina microhíbrida, distribuídos em 40 grupos (n = 5). Os CP foram confeccionados nas espessuras de 1, 2, 3 e 4 mm e fotoativados nos tempos de 20 e 40 segundos com os aparelhos: Bright Lec – MM Optics®; Lec 470 – MM Optics®; Optilight CL – Gnatus® e Degulux Softstart – Degussa®. As medidas de dureza Vickers foram obtidas com carga de 50 gF por 45 s. A fotoativação em 40s promoveu maior dureza que em 20s. Na comparação entre grupos, os maiores valores de dureza foram obtidas com a luz halógena e Bright Lec em 0 mm. Entre os valores que obtiveram pelo menos 80% de dureza máxima, os aparelhos Optilight CL em 0 e 1mm nos tempos de 40s, Lec 470 apenas na superfície irradiada, Bright Lec em 0 e 1 mm nos tempos de 20 e 40 s e Degulux Softstart em 0, 1 e 2 mm em 20s e 0 a 3 mm em 40 s ($p < 0,05$). Concluíram que os aparelhos LEDs: Optilight CL e Bright Lec polimerizaram satisfatoriamente até 1 mm em 40 s, porém com o Lec 470, os valores de dureza não caracterizavam polimerização suficiente da RC.

Atai e Motevasselian (2009) investigaram o aumento de temperatura de um nanocompósito e compósito híbrido convencional durante a fotopolimerização, utilizando fotopolimerizador diferentes com lâmpada halógena de cura (QHT) e diodos emissores de luz (LED) em dois diferentes modos (contínuo e ramp). As RCs (Filtek Supreme® e TetricCeram®) foram avaliadas usando um termopar tipo K e um termômetro digital. Os fotopolimerizadores empregados, foram: uma unidade de QHT de alta intensidade (Optilux 501) em dois modos diferentes (padrão e de ramp), uma unidade de QHT de baixa intensidade (Coltolux 50), e uma unidade de LED (Ultralume-2). Os autores verificaram o aumento total da temperatura, da reação de polimerização exotérmica, e induzida por irradiação. O GC dos CP foi avaliado utilizando espectroscopia de FTIR. Os resultados revelaram que o nanocompósito Filtek Supreme® apresentaram menor aumento de temperatura e menor GC, em comparação com o compósito híbrido ($p < 0,05$). Verificou-se também a unidade de cura LED induzida considerável, o aumento total de irradiação e de temperatura, sem qualquer melhoria no GC. O modo de fotopolimerização rampa apresentou menor aumento de temperatura e ponto de gel atrasado, sugerindo ser mais eficaz do que o modo padrão QHT e unidades de LED. Embora os

fotopolimerizadores LEDs não tenham apresentado menor elevação de temperatura durante a fotopolimerização, em seu estudo, não mostrou vantagens dessas unidades sobre as convencionais à base de QHT. Concluíram que as unidades de fotopolimerização LED não têm nenhuma vantagem sobre as unidades de QHT convencionais sobre o aumento da temperatura e GC de polimerização.

Costa et al. (2009) aferiram a influência de diferentes fotopolimerizadores e métodos de fotoativação no GC e na contração de polimerização da RC nanoparticulada Filtek™ Supreme XT (3M/ESPE). Eles utilizaram dois fotopolimerizadores (lâmpada halógena e outro LED) e dois diferentes métodos de fotoativação (contínuo e gradual) e mensuraram as forças de contração de polimerização por meio de uma máquina de ensaios mecânicos, num período que iniciou junto com a fotoativação até dois segundos após, com dez repetições para cada grupo. Para o GC, cinco espécimes de cada grupo experimental foram confeccionados, triturados e prensados com KBr para análise em espectroscópio FTIR. Independentemente do tipo de fotopolimerizador utilizado, observaram-se diferenças significantes entre os métodos de fotoativação para o teste de contração de polimerização, sendo que o método contínuo forneceu os maiores valores de contração. Para o GC, os valores médios variaram de 46,21 ($\pm 3,03$) a 49,35% ($\pm 2,28$) para a lâmpada halógena utilizada pelos métodos contínuo e gradual, respectivamente; enquanto que para o LED, os valores foram de 52,32 ($\pm 0,67$) a 52,30% ($\pm 1,14$) para os métodos contínuo e gradual, respectivamente. Os autores verificaram diferença estatística, nos grupos fotopolimerizados com lâmpada halógena obtendo menores valores de GC, independentemente do método de fotoativação empregado. Concluíram que o GC foi influenciado pelas unidades fotoativadoras e que o método gradual de fotoativação com a unidade de LED seria suficiente para assegurar adequado GC e mínima contração de polimerização.

Guiraldo et al. (2010) investigaram a influência de diferentes RCs - Filtek P90 (compósito à base de silorano) e Heliomolar (composto à base de metacrilato) - na transmissão de luz e diminuição na dureza *Knoop* entre a base e o topo de espécimes polimerizadas. A irradiação de uma unidade de luz de cura (LCU) foi medida com um medidor de potência (Ophir Optronics; 900 mW / cm²) e as distribuições espectrais foram obtidas usando um espectrómetro de USB (2000). Vinte espécimes cilíndricos padronizados (2 mm de espessura x 7 mm diâmetro) de cada resina foram obtidos por cura utilizando o LCU durante 40 s. Transmissão de

energia de luz através do compósito foi calculada ($n = 10$). O número de dureza Knoop para cada superfície foi registrado como a média de 3 cavidades. A diferença de Dureza de Knoop entre a parte superior e a parte inferior (DKH) do mesmo espécime foi calculada ($n = 10$). A irradiação de luz que passou pelo Filtek P90 ($272 \text{ mW} / \text{cm}^2$) não foi significativamente maior do que o que passou pelo Heliomolar ($271 \text{ mW} / \text{cm}^2$). O DKH de Filtek P90 (25%) foi significativamente mais elevado do que a de Heliomolar (12%). Houve um maior grau de polimerização na superfície do compósito à base de metacrilato em comparação com o compósito à base de silorano.

Boing et al. (2011) compararam o efeito de diferentes tratamentos de superfície com e sem gel hidrossolúvel KY e tira de poliéster previamente à fotopolimerização final de uma RC, usando a metodologia do GC. Confeccionaram 35 espécimes com RC Filtek™ Z350 XT distribuídos em sete grupos ($n=5$): GI–sem polimerização da RC (controle negativo), GII– fotopolimerização da RC (FRC) por 20s (controle positivo A), GIII– FRC por 40s (controle positivo B), GIV– aplicação de gel hidrossolúvel (GH) e FRC por 20s, GV– GH e FRC por 40s, GVI- tira de poliéster (TP) e FRC por 20s e GVII– TP e FRC por 40s. Posteriormente, o GC de todos os espécimes foi avaliado por meio da espectroscopia Raman. Concluíram que todos os tratamentos de superfície propostos aumentaram significativamente o GC da RC testada.

Wahbi et al. (2012) analisaram emissões de calor produzidas pelo fotopolimerizador com diferentes intensidades durante seu funcionamento. A hipótese nula foi que fontes de luz não mostram diferenças em suas elevações de temperatura. Utilizaram: o " Flipo " arco de plasma, " Cromalux 100 " quartzotungstênio-halogênio, " L.E. Demetron (segunda geração de LED) , e Bluephase C5 e UltraLume 5 (ambos de terceira geração LED. Todos aferidos utilizando dois radiômetros. O aumento da temperatura na fotopolimerização foi registrado com um termopar tipo K, o qual foi ligado a um sistema de aquisição de dados com base em computador. As mudanças de temperatura foram registradas em intervalos contínuos de 10 e 20 s até 300 s. Resultados: O fotopolimerizador Flipo revelou a maior média de emissão de calor, enquanto o L.E Demetron mostrou o valor médio mais baixo em tempos de 10 e 20 s de exposição. Além disso, Cromalux 100 registrou o segundo maior valor para todos os intervalos (12,71, 14,63, 14,60), enquanto o Bluephase C5 registrou o segundo maior intervalos de valores no 1º e 2º

20 s (14.12, 11.84, 10.18) de emissão de calor. Concluíram que o aumento de calor durante os 10 e 20 s depende da intensidade da luz emitida. No entanto, o Chromalux 100 resultou num aumento de temperatura mais elevado do que as unidades de LED com a mesma densidade de potência.

2.3 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

A FTIR é uma importante técnica utilizada para análise química de grupos funcionais em moléculas, por exemplo: orgânicas. Essa técnica baseia-se na interferometria para a obtenção do espectro (frequência de irradiação infravermelha e na frequência vibracional da matéria). A irradiação infravermelha corresponde à parte do espectro eletromagnético situada entre as regiões do visível e das microondas. O espectro infravermelho pode ser distribuído em três regiões: o infravermelho distante ($400 - 25 \text{ cm}^{-1}$), o infravermelho médio ($4000 - 400 \text{ cm}^{-1}$) e o infravermelho próximo ($14285 - 4000 \text{ cm}^{-1}$). Os raios infravermelhos são absorvidos pelo CP e interagem com cada grupamento orgânico presente na RC, sensível a essa radiação, produzindo bandas de absorção, que resultam num gráfico (espectro de infravermelho). O espectro é o conjunto das absorções medidas em porcentagem de absorbância (%A) em função do número de onda (cm^{-1}) (SILVERSTEIN; WEBSTER, 2006).

A FTIR consiste em dois feixes que percorrem uma distância fixa e outro feixe um distancia variável (espelho móvel). A transformacao da Fourier em posições sucessivas do espelho dá origem ao espectro completo de infravermelho. A passagem da radiação por um CP submete a uma faixa larga de energias. A análise desta faixa dá origem ao espectro completo de infravermelho. A radiação quando absorvida pelo CP converte-se em energia vibracional moléculas. E essa depende das massas relativas dos átomos ligados, das constantes de força das ligações e geometria das moléculas (SILVERSTEIN; WEBSTER, 2006).

Segundo Ghosh (2001), existem algumas condições para que a vibração da molécula se transforme em uma feição no seu espectro. Quando a molécula absorve a radiação, suas ligações químicas vibram, podendo esticar, encolher e torcer. Isso ocorre em comprimentos de onda específicos. Quando a molécula absorve essa energia começa a vibrar, exatamente na região do espectro eletromagnético onde esta energia está localizada, haverá um pico de absorção na curva espectral do

material. Essa banda de absorção será a feição que irá auxiliar na identificação dos compostos químicos. Para ocorrer absorção da radiação, os átomos presentes na molécula devem apresentar momento dipolo diferente de zero e a luz incidente deve apresentar uma energia igual à diferença entre os níveis de energia vibracional da molécula. As moléculas só se relacionam com energias quantizadas, por isso elas irão absorver a energia do fóton que apresentar o valor exato necessário.

A FTIR consiste em cinco partes principais: a fonte de radiação, o compartimento do CP, o banco óptico, o detector e o computador. O banco óptico é constituído basicamente de um interferômetro de Michelson e um conjunto de espelhos responsáveis pela divisão e recombinação dos feixes produzidos pela fonte que serão analisados antes e depois de terem passado pelo CP (GUARANY, 2004). Essa técnica pode ser aplicada em estudos de avaliação do GC das RCs, pois, oferece uma aproximação direta na avaliação da profundidade de cura dos compósitos fotoativados (BRANDT et al., 2011).

O GC do monômero das RCs determinado por meio de FTIR, indica quanto de ligações duplas de carbono dos grupos metacrilatos no estado não polimerizado são convertidas em ligações simples no estado polimerizado (CALHEIROS et al., 2004).

2.4 Grau de conversão (GC)

Propriedades físicas e mecânicas das resinas são influenciadas pelos níveis de conversão alcançados durante a polimerização. O GC da RC é o quanto de monômero foi convertido em polímero durante o processo químico que aconteceu. Ou seja, ele corresponde à medida da porcentagem de ligações duplas entre carbonos do monômero que se convertem em ligações simples decorrentes do processo de polimerização. No caso dos monômeros como o Bis-GMA ou UEDMA, há sempre um incompleto GC na fotopolimerização (SILIKAS et al., 2000).

A limitada conversão encontrada em muitas cadeias poliméricas deve-se à mobilidade restrita das cadeias terminais dos radicais, dos metacrilatos pendentes e à ordenação dos monômeros em altas densidades de ligações cruzadas (HALVORSON et al., 2003).

As reações de polimerização são iniciadas por moléculas ativadas por meio de fotopolimerizadores, no qual as ligações duplas de carbono (C=C) presentes nos

monômeros, são convertidos em ligações simples (C-C) para formar a cadeia polimérica durante o processo de polimerização. Esse tipo de ativação é iniciada pela transferência de energia para a CQ (fotoiniciador) que, ao colidir com a amina, promove a transferência de elétrons, gerando radicais livres que, por sua vez, iniciam a polimerização por adição (ANUSAVICE, 1998).

Radicais livres são moléculas reativas (elétrons sem par) que procuram ligação com outros monômeros. Quando encontram com os monômeros, ocorre uma quebra da ligação dupla do carbono (C=C), formando um complexo radical-monômero que procura fazer mais ligações com outros monômeros. Promovendo ligações simples (C-C) gerando os os polímeros. Iniciando uma reação propagada em sequência, contínua e, quanto maior a quantidade de fótons liberados pelo aparelho fotopolimerizador para ativar a CQ, maior será a formação de radicais livres e mais completa a polimerização (FRANCO; LOPES, 2003).

A determinação do GC dos metacrilatos utilizando o infravermelho médio (MIR) baseia-se na diminuição da intensidade do modo *stretching* C=C do metacrilato, em 1638 cm^{-1} , durante o processo de polimerização. Esse procedimento espectroscópico necessita da presença de uma banda de absorção estável que não muda em consequência da polimerização. Em resinas com composição baseadas no Bis-GMA (ou aquelas relacionadas com monômeros aromáticos), bandas de absorção C=C aromáticas em 1608 ou 1583 cm^{-1} podem servir como padrão interno de normalização, eliminando assim a necessidade de se considerar a espessura do CP. O percentual das ligações duplas de carbono que não reagiram durante a polimerização é obtido pela equação (1.1):

$$(\%C=C) = \frac{[\text{Abs}(\text{alifática C=C})/\text{Abs}(\text{aromática C=C})]_{\text{polimero}}}{[\text{Abs}(\text{alifática C=C})/\text{Abs}(\text{aromática C=C})]_{\text{monômero}}} \longrightarrow (\%C=C) = \left\{ \frac{\text{Resina polimerizada}}{\text{Resina não polimerizada}} \right\} \quad (1.1)$$

Onde: Absorbância (Abs); $GC = 100\% - (\%C=C)$ C=C dupla ligação de carbono; %C=C que não reagiram durante a polimerização.

Ferracane e Greener (1986) avaliaram a relação entre o GC e as propriedades mecânicas das RCs como a resistência à compressão, dureza, resistência flexural e resistência à tensão diametral. Utilizaram RCs com Bis-

GMA/TEGDMA fotoativadas e quimicamente ativadas, variando a concentração de diluente, o tipo de amina e a concentração do inibidor. As resinas ficaram armazenadas, após a polimerização, em água, a 37°C, por 24 horas. O GC, determinado pela técnica variou entre 60,1 e 73,4%, para todas as resinas. Os autores observaram que as propriedades mecânicas citadas apresentaram melhores resultados sempre que o GC atingiu o máximo, revelando-se, porém dependentes também de outras variáveis e não apenas da presença de monômeros não-reativos. Eles concluíram que o GC foi maior nas RCs com alta concentração de diluente e baixa concentração de inibidor; a presença de aminas mais reativas, como a Álcool dimetilaminofenil (DMAPE) promovendo o aumento do GC, permitiu a melhoria das propriedades mecânicas, as propriedades mecânicas das RCs são fortemente afetadas pelo GC.

Chung e Greener (1988) analisaram o GC por meio do método FTIR em sete RCs fotoativadas (indicadas para dentes posteriores). O GC alcançou entre 43,5 e 73,8%. Eles observaram que as RCS com diferentes estruturas moleculares apresentaram GC equivalentes e concluíram que outros parâmetros, tais como a concentração do iniciador e do diluente, são determinantes no GC.

Conti et al. (2005) analisaram a efetividade da polimerização utilizando aparelhos de plasma de Xenônio, lâmpada halógena e LED para a fotoativação da resina Esthet-X (Dentsply). Seu GC foi determinado por meio das espectroscopias por infravermelho médio e próximo, e Raman, pelas técnicas de transmitância e refletância difusa (DRIFT). Observaram que a conversão da resina foi influenciada pela natureza da fonte de luz, pela distância da superfície irradiada, tempo de exposição e profundidade. Valores elevados de GC foram obtidos com todas as lâmpadas, porém foram quase constantes com a profundidade apenas para a unidade de LED. A dureza e a análise térmica diferencial mostraram concordância satisfatória com os dados de GC.

2.5 Teste de dureza Vickers

A dureza Vickers é um teste de dureza à penetração que utiliza como penetrador um diamante de forma piramidal de base quadrada. O ângulo interno entre as faces opostas da pirâmide é de 136°. Durante os ensaios de dureza, a

carga pode variar de 0,01 a 1kgf e é mantida constante por um tempo específico entre 10 a 30 s (ESTRELA, 2001).

O índice que mede a dureza desse método é o chamado DPH (*diamond-pyramid hardness number*) ou HV. Esse número é determinado pela divisão entre a carga utilizada para provocar a indentação e a área de superfície da mesma. Na prática, essa área é calculada a partir das medidas do comprimento das diagonais da impressão analisada em microscópio (CALLISTER, 2002)

É um teste que tem sido utilizado para avaliar a propriedade mecânica da RC. De forma indireta, é possível relacioná-la com o grau de polimerização desses materiais (CEBALLOS et al., 2009).

A dureza é definida como a resistência de um material à penetração também denominada de indentação em sua superfície. Os ensaios de dureza são amplamente utilizados na caracterização de materiais e no estudo de propriedades mecânicas. Conforme são conduzidos, os ensaios de dureza podem ser distribuídos em três principais grupos: dureza por choque (determinação de dureza de peças grandes e de alta dureza), por risco (ramo da mineralogia) e por indentação (ramo da metalurgia e da mecânica) (Nigel et al., 2006).

Nos ensaios de indentação, um indutor é forçado contra a superfície do material testado, sob condições controladas de carga e taxa de aplicação. A área da marca superficial formada ou a sua profundidade são medidas e correlacionadas com um valor numérico que representa a dureza do material. Essa correlação é baseada na tensão de que o penetrador necessita para vencer a resistência da superfície do material e depende diretamente das forças de ligações entre os átomos, íons ou moléculas, assim como da resistência mecânica (GARCIA et al., 1999).

A dureza é definida como a razão entre a carga aplicada (P) e a área superficial da impressão (A) provocada na superfície do material, a equação é: (1.2)

$$\text{Dureza} = \frac{P}{A} \quad (1.2)$$

Na prática, essa área é calculada a partir das medidas do comprimento das diagonais da impressão analisada em microscópio. O indentador Vickers é pressionado no CP deixando uma pirâmide de base quadrada em sua superfície. O número da dureza Vickers é uma função da carga aplicada (P) e da diagonal (d) da base quadrada da impressão na superfície do material, conforme a equação (1.3):

$$HV = 1,8544 \frac{P}{d^2} \quad (1.3)$$

Borges et al. (2009) determinaram o GC de quatro RCs avaliando a influência do método de fotopolimerização. Eles confeccionaram 40 discos de compósito com 2mm de espessura, distribuídos em oito grupos experimentais (n=5) conforme as combinações possíveis entre dois métodos de fotopolimerização: lâmpadas halogêneas (400mW/cm²) /40s e LED (800mW/cm²) /20s, e quatro compósitos [Suprafil (R&S), Natural Elegance (Henry Schein), Proclinic Composite PM (Madespa) e Filtek Z250 (3M ESPE)]. A fotopolimerização ocorreu no topo de cada disco, utilizando esmalte humano como material refletor. Após 24h de armazenamento, no escuro e em meio seco, foram realizados testes de dureza Vickers no topo e base dos espécimes e calculado o *ratio* de dureza. Um mínimo de 0,80 foi considerado como uma polimerização adequada. Os resultados dos *ratios* de dureza variaram entre 0,79 e 0,98. Para a lâmpada de halogéneo, o Z250 obteve um *ratio* de dureza estatisticamente superior (p<0,05) aos restantes compósitos. Com o LED, não se observaram diferenças estatisticamente significativas (p≥0,05) entre os compósitos, com exceção do Suprafil que apresentou um *ratio* mais baixo. As conclusões que chegaram foram: embora o Z250 tenha apresentado um *ratio* de dureza mais elevado, verificou-se uma correta polimerização de todos os grupos experimentais, com exceção do grupo Proclinic/halogéneo (0,79). A utilização do LED (800mW/cm²) permitiu reduzir o tempo de exposição.

Firoozmand et al. (2009) verificaram a influência da opacidade de cor e tipos de aparelhos fotopolimerizadores (luz halógena X LED azul) na dureza da RC. Utilizaram a RC Esthet-X (Dentsply), nas cores A2 e A2-O, que foi inserida em uma matriz de aço inoxidável com cavidades de 5mm de diâmetro e 2mm de profundidade e fotopolimerizadas por aparelhos; de luz halógena, XL 3000 (3M) ou

de LED azul, Optilight LD II (Gnatus), por 40s. Formaram-se oito grupos com 15 CP cada distribuídos conforme as fontes polimerizadoras utilizadas, a área de exposição (superfície e a base) e a opacidade da RC empregada, totalizando 120 CP de estudo. Elas foram armazenadas em água destilada, por 24h e embutidas em resina acrílica ativada quimicamente (RAAQ), posteriormente, realizou-se o acabamento e polimento com discos de lixa e de feltro. Para leitura da dureza utilizou-se o microdurômetro digital vickers, com 50g de carga por 30s de permanência. Os resultados demonstraram que a dureza da superfície foi sempre maior que a da base. Independente do aparelho polimerizador utilizado; o aparelho de luz halógena apresentou maiores valores médios de dureza da RC (57,61HV) em relação ao aparelho de LED (42,53HV); foram encontradas diferenças significantes entre os valores médios de dureza ao se variar a opacidade, sendo que em profundidade obtiveram-se os menores valores com a resina A2-O. Concluiu-se então, que a opacidade da resina, bem como, o aparelho fotopolimerizador influenciam no grau de dureza da RC.

Rodrigues et al. (2009) avaliaram o efeito de três diferentes RCs no processo de polimerização por meio do teste de dureza Vickers (dV). Confeccionaram espécimes retangulares (7mm x 4mm x 3mm) empregando as resinas: P-60 (3M/ESPE), Herculite XRV (Kerr) e Durafill (Heraeus-Kulzer). Os espécimes foram polimerizados utilizando-se uma unidade de fotoativação à base de LEDs azuis pelos tempos de irradiação de 20 e 40 segundos. O teste de dV foi executado 24 horas após a fotoativação até a profundidade padronizada de 3mm. Os resultados demonstraram que os valores de dV diminuíram com o aumento da profundidade para as diferentes RCs, de modo que do 1º em relação ao 2º milímetro, os valores de dureza diminuíram entre 4 e 60%, e quando a mensuração foi realizada na profundidade de cura de 3mm, a queda nos valores foi maior que 90% em relação ao 1º milímetro. Também foi observado que os valores médios de dV para a Durafill foram menores do que os observados para a P-60 e para a Herculite XRV nos tempos de fotoativação de 20 e 40 segundos. Chegou-se a conclusão de que o processo de polimerização foi grandemente afetado pela composição das RCs.

Santana et al. (2010) avaliaram a dureza de duas RCs, uma compactável (Tetric Ceram) e outra do tipo *flow* (Tetric Flow) empregando duas fontes de luz, uma halógena e outra à base de diodo emissor de luz (LED). Confeccionaram 40 CP, utilizando-se uma matriz de teflon, e distribuídos em quatro grupos: Grupo I –

Tetric Ceram Halógena; Grupo II – Tetric Ceram LED; Grupo III – Tetric Flow Halógena e Grupo IV – Tetric Flow LED. Após o lixamento e polimento dos CP, foi realizada a análise da dureza (Vickers) nas regiões de topo e de base em cada CP. Os resultados mostraram que a fonte de luz halógena foi estatisticamente mais efetiva ($p < 0,05$) que o LED na dureza superficial; quando comparados os tipos de RCs, a Tetric Ceram apresentou valores de dureza estatisticamente maiores ($p < 0,05$) que a Tetric Flow, e as regiões de topo apresentaram dureza maior ($p < 0,05$) em relação às regiões de base, independente da fonte de luz e do material resinoso utilizado. Os resultados sugerem que a fonte de luz halógena é mais efetiva que o LED.

Leite et al. (2010) analisaram *in vitro* o efeito de bebidas com baixo pH sobre o compósito de nanopartículas ICE (*Southern Dental Industries* - SDI) e o de micropartículas Durafill VS (Heraeus Kulzer). Os materiais foram avaliados quanto à dureza superficial obtida por meio de ensaio de dureza Vickers. Eles confeccionaram 15 CP com 11 mm de diâmetro e 2 mm de espessura de cada material restaurador, que foram mantidos em condições de armazenamento nas substâncias: Gatorade® (pH 2,8); Coca-Cola® (pH 2,4) e água destilada (pH 6,0; grupo controle) sob temperatura de 37°C, e os meios de imersão trocados a cada 24 horas. Cinco CP de cada material foram imersos nas bebidas testadas e acompanhados por períodos de 24 horas, 7, 14 e 21 dias. Os resultados obtidos demonstrou que houve diferenças estatisticamente significantes ($p < 0,05$) para o fator meio, material e tempo, bem como para a interação entre eles. A água destilada resultou em maiores valores de dureza, seguida da Coca-Cola® e Gatorade®. Os maiores valores de dureza foram obtidos no baseline, seguido de 7, 14 e 21 dias. Não houve diferença estatisticamente significativa ($p > 0,05$) entre os tempos 14 e 21 dias. Concluiu-se que o compósito nanoparticulado obteve melhores resultados e que pH ácido associado a tempo de imersão progressivo altera significativamente a dureza superficial dos compósitos avaliados.

Costa (2011) aferiu *in vitro* a influência da translucidez e do tipo de partículas da RC nos valores de dureza, para isso selecionou uma RC microhíbrida (4 Seasons, Ivoclar Vivadent, Schaan, Liechtenstein, Alemanha) e uma nanoparticulada (3M ESPE, St. Paul, MN, USA), matizes A2 (esmalte e dentina) e efeito translúcido. Para cada matiz, foram confeccionados sete CP, inserindo a RC na matriz metálica circular. A fotoativação ocorreu num tempo de 40s utilizando

halógena (Ultralux eletronic, Dabi Atlante) por 40s. O teste de dureza foi executado com um penetrador do tipo Vickers, realizando cinco indentações de 100g/10s na superfície de cada corpo de prova (microdurômetro HMV, Shimadzu, Japão). O teste foi realizado 24h após a confecção dos espécimes e após 14 dias de armazenamento. Verificou-se que, em relação à matiz, houve diferença entre as RCs A2EN (25,36) \leq A2DN (42,60) $<$ ATN (73,79) na avaliação inicial. Em relação às partículas, não houve uma relação proporcional entre dureza e tipo de carga. Nos grupos de nanopartículas e no grupo A2DMH, houve um aumento dos valores de dureza após 14 dias. Concluiu que, nas RC nanoparticuladas, é essencial a fotopolimerização adequada quando tiver menor translucidez (esmalte e dentina) para garantir a dureza inicial. As resinas nanoparticuladas tendem a apresentar menor dureza inicial, porém aumentam consideravelmente a sua resistência após 14 dias.

Ribeiro (2010) avaliou a interação de resinas compostas e aparelhos fotopolimerizadores por meio de grau de conversão por FTIR. Selecionou quatro resinas compostas fotopolimerizáveis, três microhíbridas: Vit-I-escenceTM (Ultradent®), Amelogen® Plus (Ultradent®) e Opallis (FGM) e outra de nanopartículas: FiltekTM Z350 (3M ESPE Dental Products). Matiz A2D. Os corpos de prova com dimensões de 4 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade foram polimerizados por diferentes aparelhos fotoativadores luz halógena (Ultralux Dabi Atlante) com ponteira de vidro, e um LED de terceira geração (Ultra Lume Led 5 Ultradent®) e dois leds de segunda geração: Radium Cal® SDI e Elipar Free LightTM 2 da 3M ESPETM. Para a obtenção de pastilhas, os corpos de prova, após 24 h de confeccionados foram triturados e misturados com KBr. Como controle, confeccionaram-se mais 20 pastilhas com resinas não curadas. A análise de variância (ANOVA) mostrou um efeito significativo sobre a interação entre os aparelhos e as resinas compostas ($p < 0.001$) O teste de Tukey mostrou que a resina de nanopartícula (FiltekTM Z350), quando fotoativada por lâmpada halógena (QTH), apresentou o menor grau de conversão comparada com as resinas microhíbridas. O grau de conversão da resina nanoparticulada (FiltekTM Z350) também foi menor usando LEDs. Os maiores graus de conversão foram obtidos usando o Led de terceira geração.

Ribeiro et al. (2011) avaliaram a dureza superficial de RCs microhíbridas e nanoparticuladas, polimerizadas por meio de diferentes fontes de luz. Utilizaram três

RCs (Vit-I-escenceTM, Amelogen® Plus, Opallis) - microhíbridas e uma (FiltekTM Z350, 3M ESPE Dental Products, St. Paul, USA) - nanoparticulada. Todas fotopolimerizadas, variando o aparelho: halógeno (Ultralux, Dabi Atlante, Ribeirão Preto, Brasil) com duas ponteiros, uma de vidro semi orientada e outra de acrílico pintada e também um dispositivo à base de LED (UltraLume 2, Ultradent®, South Jordan, USA). Os CP obtidos por meio de inserção da RC em uma matriz circular de alumínio, fotopolimerizados por 40 segundos e, após, armazenados a seco por 24 horas. Em seguida, realizou-se o ensaio de dureza superficial Vickers, realizando-se quatro aferições na superfície de topo (dureza 1) e na superfície de base (dureza 2). Os resultados demonstraram no topo menores médias de dureza obtidas com a resina Opallis submetida ao UltraLume 2. As médias maiores ocorreram na RC Vit-I-escenceTM polimerizada com o LED UltraLume 2 e luz halógena Ultralux PCP, seguidas da resina FiltekTM Z350, submetida ao UltraLume 2. Em relação à base, a menor média de dureza foi também da RC Opallis, sob ação do LED UltraLume 2 e a maior da Vit-I-escenceTM, seguida pela Amelogen® Plus polimerizada pelo Ultralux com a ponta semi-orientada. Concluiu-se que o aparelho LED permitiu polimerização e consequentes valores de dureza equivalentes ao dos aparelhos halógenos convencionais para três dos quatro compósitos avaliados.

Azevedo et al. (2011) avaliaram o efeito de agentes clareadores (AC) na dureza superficial de RCs microhíbrida e nanohíbrida. Foi utilizada RC Opallis (G1 à G5) e RC Brilliant NewLine (G6 à G10) e AC: G1 e G6 (grupo controle), G2 e G7 (peróxido de hidrogênio [PH] 35% - uma sessão com três aplicações), G3 e G8 (PH 35% - duas sessões com três aplicações), G4 e G9 (peróxido de carbamida [PC] 37% - única sessão com três aplicações) e G5 e G10 (PC 37% - duas sessões com três aplicações). Os resultados: a média±desvio-padrão dos grupos foram: RC microhíbrida: G1=55,15±2,85; G2=54,02±2,70; G3=55,33±3,33; G4=55,23±1,97; G5=53,52±2,46; RC nanohíbrida: G6=49,57±4,78; G7=51,26±4,48; G8=48,16±2,75; G9=50,11±2,07; G10=51,19±0,62. Concluíram que o clareamento de consultório não causou efeito negativo na dureza superficial das RCs.

Silveira et al. (2012) compararam, *in vitro*, a dureza Vickers superficial e profunda entre uma RC microhíbrida e uma nanoparticulada. Confeccionaram 40 CP, distribuídos em quatro grupos (n=10/grupo) de acordo com o tipo e a superfície da resina avaliada: Z100TM (topo e base) com partículas microhíbridas; FiltekTM Z350 XT (topo e base) o compósito resinoso de nanopartículas, ambas na cor A2. A

fotoativação dos espécimes foi realizada pelo tempo de 40s utilizando o aparelho Ultraled® (Dabi Atlante – Brasil) com comprimento de onda de 450 a 490nm. Os CP foram armazenados num recipiente à prova de luz, em ambiente seco, a uma temperatura de 37°C por 24 horas. Cada superfície testada (topo ou base) foi delimitada em quadrantes, realizando, em cada um, três aferições de dureza Vickers e aplicando uma carga de 50gf, por 45s com o emprego do aparelho Shimadzu HMV-2T. O cálculo de dureza de cada espécime foi obtido considerando-se a média das 12 indentações realizadas. Observou-se diferença estatística significativa entre os valores de dureza de ambas as resinas quando avaliada as superfícies Topo e Base, a um nível de significância padrão de 5%. Concluíram que maiores valores de dureza foram os obtidos pela resina microhíbrida Z100™, demonstrando um melhor desempenho dessa propriedade mecânica para a resina microhíbrida em relação à RC nanoparticulada Filtek™ Z350 XT.

Arsufi et al. (2012) avaliaram o efeito da utilização de soluções sobre a dureza superficial de RCs laboratoriais em cinco marcas diferentes : Adoro, Resilab, Cristobal, Sinfony e Epricord. Para cada tipo de resina, 10 CP foram submetidas a onze tipos de soluções, sendo quatro colutórios bucais (Listerine, Oral-B, Plax, Periogard); quatro alimentos líquidos (coca-cola, vinho, café, suco de laranja); três agentes clareadores (Peróxido de caramida 16%, Peróxido de Hidrogênio 7,5 e 38%) e saliva artificial (controle). A dureza *Knoop* foi mensurada por meio de um microdurômetro, em um período inicial e após 12, 24, 36 e 60 horas de imersão em colutórios bucais; após 7, 14 e 21 dias em alimentos líquidos; e após 7 e 14 dias em agentes clareadores. Os resultados evidenciaram que, de modo geral, incidiu uma diminuição dos valores de dureza dos CP de resina após as imersões em diferentes soluções. Concluiu-se que a durabilidade dessas restaurações está diretamente relacionada ao tipo de alimentos ingeridos, frequência e hábitos de higiene bucal.

Zaia et al. (2013) avaliaram a dureza *Knoop* em duas RCs variando o tempo de polimerização e avaliaram sua dureza após imersão em álcool absoluto e água destilada. Confeccionaram CP empregando RC microhíbrida Opallis e Filtek Z 350 XT nanoparticulada e as inseriram em matrizes circulares bipartidas de tecnil com 2mm de altura e 4 mm de diâmetro. Formara-se três grupos para cada RC variando o tempo de fotopolimerização em 20s, 30s e 40s. Após 24h, iniciou-se o primeiro teste de dureza em todos os CP topo e base e, em seguida foram imersos em soluções diferentes em álcool absoluto e água armazenados por 24h. Em seguida,

realizou-se o segundo teste de dureza topo e base. Os resultados evidenciaram que na RC Filtek Z350 XT houve maior dureza em relação a topo e base imersa em ambas soluções. Quando comparadas as RCs, suas bases obtiveram dureza com diferentes intervalos de tempo nas diferentes soluções. Concluiu-se que a RC Filtek Z 350 XT tem maior dureza no topo e base, nas soluções, quando comparada a Resina Opallis. Ambas as RCs em sua base, obtiveram diferenças na dureza em diferentes intervalos de tempo e em distintas soluções. Ambas RCs quando imersas em álcool absoluto apresentam menores valores de dureza, e inferem que a densidade de ligações cruzadas é menor quando imersa nessa solução.

Moraes (2014) avaliou a dureza de uma RC pré-aquecida fotoativada por meio de discos de resina com diferentes espessuras. Foi usada a RC nanoparticulada (Filtek Z350XT, 3M ESPE). As seringas de compósito foram pré-aquecidas com o dispositivo Calset (68 °C por 15 min). Confeccionaram discos de resina indireta microparticulada (SR Adoro, Ivoclar Vivadent), nas espessuras de 2 mm, 3 mm e 4 mm, através dos quais os espécimes foram fotoativados utilizando uma unidade fotoativadora à base de LED (Translux Power Blue, Heraeus Kulzer). Formaram-se quatro grupos (n=10), de acordo com a espessura do disco de resina indireta: GR0: resina pré-aquecida sem disco; GR2: resina pré-aquecida + disco 2 mm; GR3: resina pré-aquecida + disco 3 mm; GR4: resina pré-aquecida + disco 4 mm. O teste de dureza foi executado com um indentador do tipo Vickers utilizando o Microdurômetro (HMV 2 versão 1.23, Shimadzu, Japão), realizando cinco indentações de 100g/10s na superfície de cada CP. A dureza variou significativamente entre os grupos experimentais. O grupo GR0 (82,74 ± 9,33) foi estatisticamente semelhante ao grupo GR2 (80,19 ± 8,39) (p>0,05). Esses dois grupos mostraram valores significativamente maiores do que GR3 (52,87 ± 7,53) e GR4 (37,59 ± 5,06) (p<0,05). Concluiu-se que quanto maior a espessura da resina indireta, menor a dureza da RC composta pré-aquecida.

Schneider et al. (2016) avaliaram a influência das técnicas de fotopolimerização convencional (CONV), Soft-start (SS) e Pulso atrasado (PA) na dureza Knoop de três RCs. Utilizaram resinas Filtek Z350 (3M ESPE), Empress Direct (IvoclarVivadent) e P90 (3M ESPE) para a confecção dos CP. Formaram nove grupos experimentais em função da técnica de polimerização e RC. Após 24h da fotopolimerização, foi realizado o teste de dureza Knoop nas superfícies de base e topo de cada corpo de prova. Assim, os valores obtidos foram submetidos ao teste

de Kruskal Wallis, seguido do teste de Dunn, $p < 0,05$. A eficácia da polimerização na superfície de topo das RCs testadas não foi afetada pelos diferentes modos de polimerização. A RC Empress Direct apresentou os mais baixos valores de dureza para todos os modos de polimerização quando comparada às demais RCs avaliadas.

3 OBJETIVOS

3.1 Objetivo geral

- Avaliar a eficácia de polimerização de resinas compostas nanoparticuladas e microhíbridas utilizando LEDs de segunda e terceira geração por meio da espectroscopia FTIR e medida de dureza Vickers nos mesmos corpo de prova.

3.2 Objetivos específicos

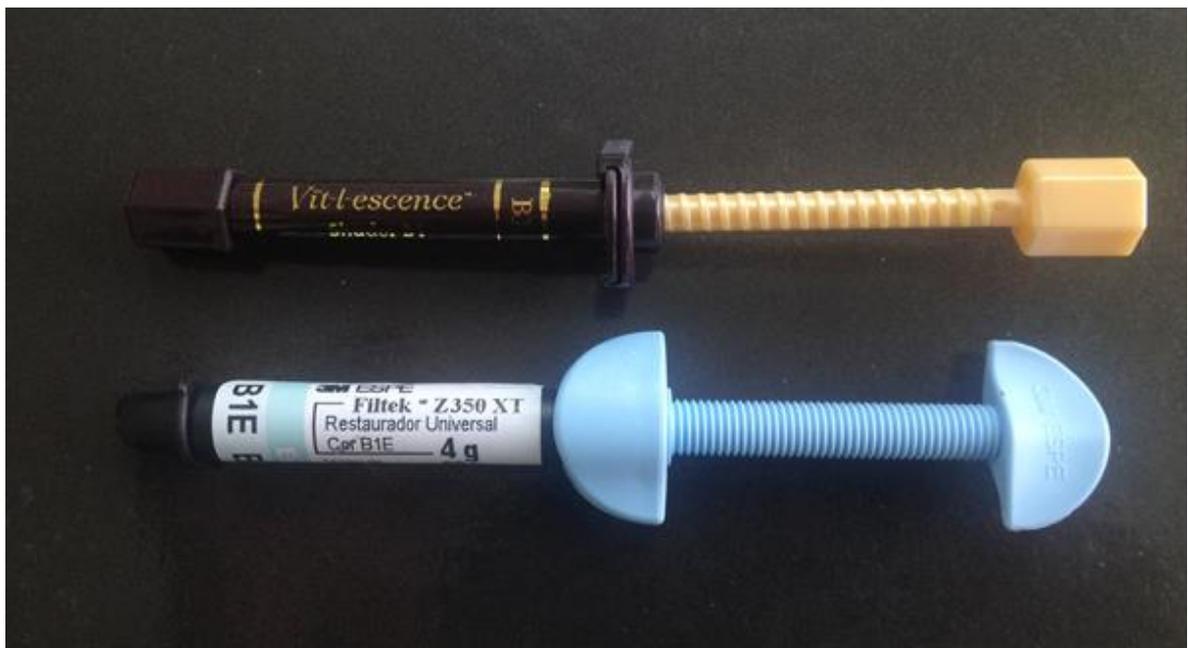
- a) Avaliar e comparar a dureza de resinas compostas (superfícies topo e base) matiz B1, frente à polimerização de 10 e 20 segundos em profundidades de 2, 4 e 6 mm com LEDs de segunda e terceira geração.
- b) Comparar o grau de conversão por meio de FTIR entre as resinas compostas.
- c) Comparar se há diferença na eficiência dos LEDs.

4 MATERIAIS E MÉTODO

4.1 Resinas Compostas (RCs)

O estudo experimental foi desenvolvido no Laboratório de Óptica e Fotônica – CCET/UFMS e Laboratório de Materiais do Instituto de Física da UFMS. Para isso, empregara-se duas RCs fotopolimerizáveis indicadas para restaurações diretas, microhíbrida Vit-I-escence™ (Ultradent®) 2,5 g - (Figura. 1); e nanoparticulada Filtek Z 350 XT (3M ESPE™) 4g. Matiz B1. Especificações (Quadro 1).

Figura 1 - Foto: Resinas compostas Vit-escence™ (Ultradent®) 2,5 g ; Filtek Z 350 XT (3MESPE™) 4g.



QUADRO.1 – Categoria dos grupos e das marcas comerciais, número do lote, matriz orgânica, composição da carga, tamanho médio das partículas de carga (μm) e conteúdo de carga Wt% segundo a descrição de cada fabricante. * De acordo com as especificações técnicas dos catálogos do respectivo fabricante (2007;2005).

Material*	Monômeros	Composição da Carga e tamanho médio da partícula (μm)	% de Carga	Fabricante	Lote
Vit-I Escense™	Bis-GMA	Microhíbrida Vidro de Estrôncio Boro Alumina Silicato com part.. de Silício 0,4 – 0,7	75	Ultradent®, South Jordan UTAH USA	D00YN
Filtek Z 350 XT	Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA, TEGDMA	Nanoparticulada Agregado de zircônia com aglomerados de sílica, 0,6 – 1,4	78,5	(3M ESPE, St Paul, MN, EUA)	N646317

4.2 Grupos

Os grupos foram denominados microhíbrido (GM) e nanoparticulado (GN) distribuídos em subgrupos em relação a profundidade, tempo de fotopolimerização e LEDs (LED Valo® e Rádi Cal® SDI) (Quadro. 2 e 3 respectivamente).

QUADRO 2 – Resina: grupo microhíbrido (GM*), Resina: grupo nanoparticulado (GN*) e seus subgrupos em profundidades de 2 mm, 4 mm, 6 mm, tempos 10s e 20s, LED: Valo®.

LED Valo			LED Valo		
Profundidade em milímetros	Tempo fotopolimerização em segundos	(n)	Profundidade em milímetros	Tempo fotopolimerização em segundos	(n)
SUBGRUPO 2 mm			SUBGRUPO 2 mm		
GM* 2	10	5	GN* 2	10	5
GM 2	20	5	GN 2	20	5
Controle	0	1	Controle	0	1
SUBGRUPO 4 mm			SUBGRUPO 4 mm		
GM 4	10	5	GN 4	10	5
GM 4	20	5	GN 4	20	5
Controle	0	1	Controle	0	1
SUBGRUPO 6 mm			SUBGRUPO 6 mm		
GM 6	10	5	GN 6	10	5
GM 6	20	5	GN 6	20	5
Controle	0	1	Controle	0	1

QUADRO 3 – Resina: grupo microhíbrido (GM*), Resina: grupo nanoparticulado (GN*) e seus subgrupos em profundidades de 2 mm, 4 mm, 6 mm, tempos 10s e 20s, LED: Radii Cal ® SDI.

LED Radii			LED Radii		
Profundidade em milímetros	Tempo fotopolimerização em segundos	(n)	Profundidade em milímetros	Tempo fotopolimerização em segundos	(n)
SUBGRUPO 2 mm			SUBGRUPO 2 mm		
GM* 2	10	5	GN* 2	10	5
GM 2	20	5	GN 2	20	5
Controle	0	1	Controle	0	1
SUBGRUPO 4 mm			SUBGRUPO 4 mm		
GM 4	10	5	GN 4	10	5
GM 4	20	5	GN 4	20	5
Controle	0	1	Controle	0	1
SUBGRUPO 6 mm			SUBGRUPO 6 mm		
GM 6	10	5	GN 6	10	5
GM 6	20	5	GN 6	20	5
Controle	0	1	Controle	0	1

Todos fotopolimerizados com relação ao tempo de 10 segundos (s) e 20 s, totalizando 132 CP. Os subgrupos, foram utilizados tanto no ensaio de dureza como para o GC na FTIR (PerkinElmer Spectrum 100 EUA), (Fig. 9). Somente nas análises de FTIR tiveram controle de cada subgrupo. As análises foram realizadas na FTIR antes do ensaio da dureza.

4.3 Confeção dos corpos de prova

Os CP foram obtidos utilizando-se uma matriz metálica circular confeccionada em alumínio com diâmetro externo de 26 mm, exibindo uma perfuração central de 5 mm de diâmetro e 2 mm de profundidade (ISO 4049) (Fig. 2).

Sobre uma placa de vidro de 5 cm de espessura, foi colocada uma tira de poliéster (*Dentart-Polidental* Brasil) (PEREIRA et al., 2004) e, sobre ela, disposta a matriz de alumínio onde se inseriu a RC (Fig. 2). Com o auxílio da espátula de titanium (IPCL, COSMEDENT, Chicago, EUA). Após condensar a RC na matriz, outra tira de poliéster foi disposta sobre o compósito e, sobre ele, colocada uma lamínula de vidro para Microscopia (24 x 24 mm), realizando pressão digital nesta, para se obter escoamento da resina, remoção dos excessos, lisura superficial do corpo de prova (FELIX; PRICE, 2003; CEFALY et al., 2005).

Figura 2 – Foto dos componentes para a confecção dos CP

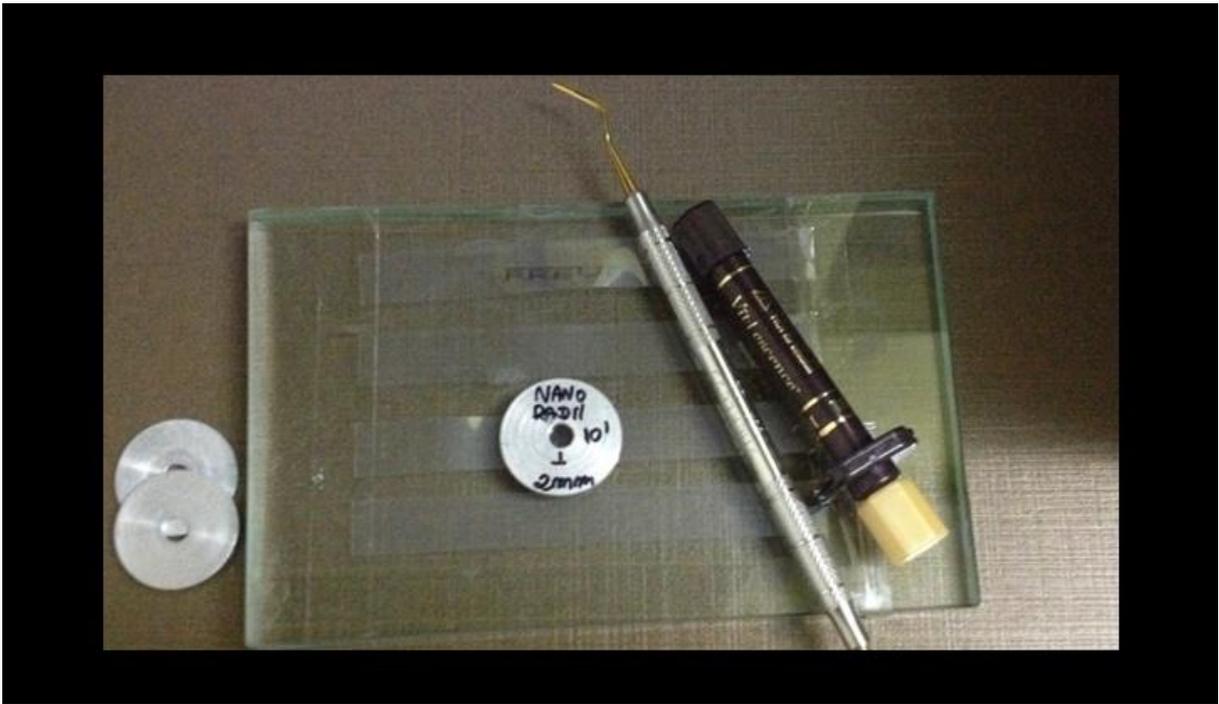
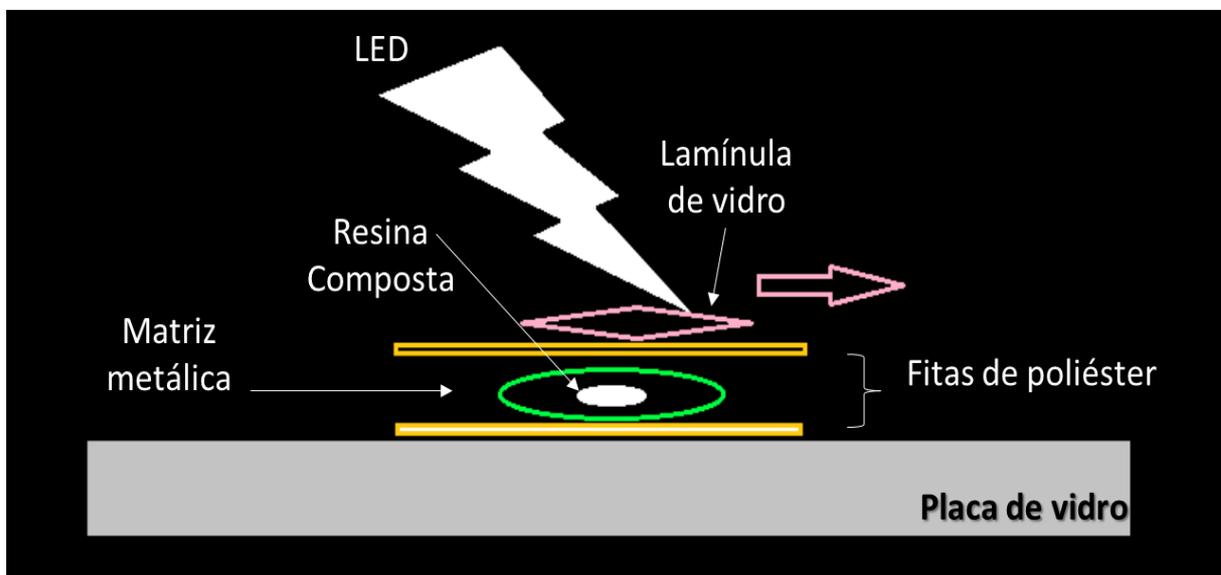


Figura 3 - Desenho esquemático dos componentes para o preparo do corpo de prova



Subsequentemente, a lamínula de vidro foi removida deixando-se a tira de poliéster no local (FELIX; PRICE, 2003) Fig. 3) e a fotopolimerização foi diretamente sobre o corpo de prova em 2 mm. Para se obter profundidades de 4 e 6 mm utilizaram-se as próprias matrizes metálicas sobrepostas. Na fotopolimerização, a ponta do LED foi posicionada diretamente sobre o diâmetro central da matriz.

Com o intuito de evitar contaminação do CP, toda a manipulação foi feita com o emprego de luvas de borracha.

4.4 Especificações dos aparelhos fotopolimerizadores

Foram utilizados dois LEDs Radii Cal ® SDI - *Southern Dental Industries* (Bayswater, Vitória, Austrália) (densidade de potência 1200 mW/cm^2 , $\lambda = 440\text{-}580 \text{ nm}$, 5W) de segunda geração; e Valo ® (Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA densidade de potência 1000 mW/cm^2 , $\lambda = 395\text{-}480$) de terceira geração (Fig. 4).

Figura 4 - Foto A do LED Valo ® intensidade de luz 1.000 mW/cm^2 , B LED Radii Cal ® SDL intensidade de luz 1.200 mW/cm^2 .



As ponteiros dos fotopolimerizadores foram posicionadas diretamente na superfície nos centros do CP em 2 mm e, para as distâncias de 4 e 6 mm, sobre o orifício central da matrizes metálicas sobrepostas, com a fotoativação realizada sobre eles em tempos distintos de 10 e 20 segundos. Para se obterem as distâncias em mm foram posicionadas as mesmas matrizes metálicas de alumínio uma sobre a outra.

O fotopolimerizador do tipo LED Radii Cal ® SDI com intensidade de luz de 1.200 mW/cm^2 no modo ramp, configurou densidades de energias radiantes de 12 J/cm^2 e 24 J/cm^2 e Valo ® (Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA) intensidade de luz

de 1.000 mW/cm² (programa *Standart*) com 10 J/cm² e 20 J/cm². As características e diferenças de cada LED estão descritas no (Quadro. 4).

QUADRO 4 - Descrição de cada aparelho, segundo seus fabricantes, sobre, Programa, diâmetro, intensidade de luz, intervalo de comprimento de onda.

Aparelho/Fabricante	Radii Cal® SDI- Southern Dental Industries (Bayswater, Vitoria, Australia)	Valo® (Ultradent, South Jourdan, Utah, EUA)
Sistema de Luz	LED	LED
Programa	ramp	Standard
Diâmetro da ponta ativa	7,93	9,6
Sistema colimado	não	Sim
Intensidade de luz (mW/cm²)	1200	1000
Intervalo de comprimento de onda	440-480	395-480

Em cada fotopolimerizador, foi medido o espectro de comprimento de onda antes de seu emprego, utilizando o espectrômetro (Espectrômetro *Ocean Optics* USB4000 na faixa entre 200-1100 nm) (Figura. 5). O procedimento para medir o comprimento de onda foi realizado posicionando-se a ponteira ativa do cabo condutor de luz dos fotopolimerizadores verticalmente sobre a parte central da superfície fotossensível do espectrômetro. Os aparelhos foram ligados e inicialmente submetidos à leitura por 20 segundos cada. Posteriormente, seguiu-se uma segunda leitura utilizando o mesmo tempo. A leitura final foi o resultado da média aritmética das leituras anteriores de cada aparelho, cujo intervalo de leitura entre um e outro foi de, no mínimo, 30 segundos.

Figura 5 - Espectrômetro *Ocean Optics* USB4000 na faixa entre 200-1100 nm utilizado para medir o espectro dos LDEs



A intensidade de luz foi monitorada durante todo o experimento, usando, para isso, um radiômetro digital (Ecel/RD7 ind & com. LTDA, Ribeirão Preto SP Brasil), (Figura 6-8) com medição antes e após o uso do aparelho. Essa medição foi realizada, posicionando a ponta ativa do cabo condutor de luz sobre a superfície fotossensível do radiômetro por um tempo de exposição de 10 segundos.

Figura 6 -A LED Valo
Intensidade de luz 1134



Figura 7- B LED Radii
Intensidade de luz 958



Figura 8 B LED Radii
Intensidade de luz 958



4.5 Espectroscopia no infravermelho com transformada de Fourier (FTIR)

O GC do monômero em polímero foi determinado por espectroscopia de infravermelho (FTIR), que identificou a percentagem de ligações duplas de carbono dos grupos metacrilatos (LIORET et al., 2008) permanecendo presente em CP de resinas microhíbridas e nanoparticuladas pós polimerizadas utilizando dois sistemas distintos de LEDs em tempo e profundidades diferentes de fotopolimerização. Formaram-se grupos de resina microhíbridas e nanoparticuladas para cada LED, distribuídas em subgrupos pela diferença de profundidade e tempo de fotopolimerização, cada com (n=5) mais um espectro de resina não polimerizada (controle) para cada (Quadro 2), totalizando 248 leituras. Essas foram utilizadas na comparação e obtenção de informações sobre o GC do material.

O equipamento utilizado foi o modelo PerkinElmer Spectrum 100 FTIR, com resolução de 4cm^{-1} , utilizando comprimento de onda na faixa de 4.000 a 400cm^{-1} (Fig 9). O corpo de prova foi inserido diretamente sobre o cristal (Germânio) de

refletância total atenuada (ATR) (Fig. 10) logo após a confecção e apenas nas resinas polimerizadas, ele foi analisado nas duas superfícies (exposta diretamente ao feixe de luz do fotopolimerizador e superfície oposta ao feixe de luz do fotopolimerizador denominados de topo e base respectivamente). A análise dos controles (não polimerizados) em uma superfície apenas. Os valores obtidos foram calculados pelo *software* de próprio aparelho.

O percentual das ligações duplas de carbono que não reagiram durante a polimerização foi obtido pela equação a seguir:

$$(\%C = C) = \frac{[Abs (alifática C=C)/ Abs (aromática C=C)] \text{ polímero}}{[Abs alifática C=C)/ Abs (aromática C=C)] \text{ monômero}}$$

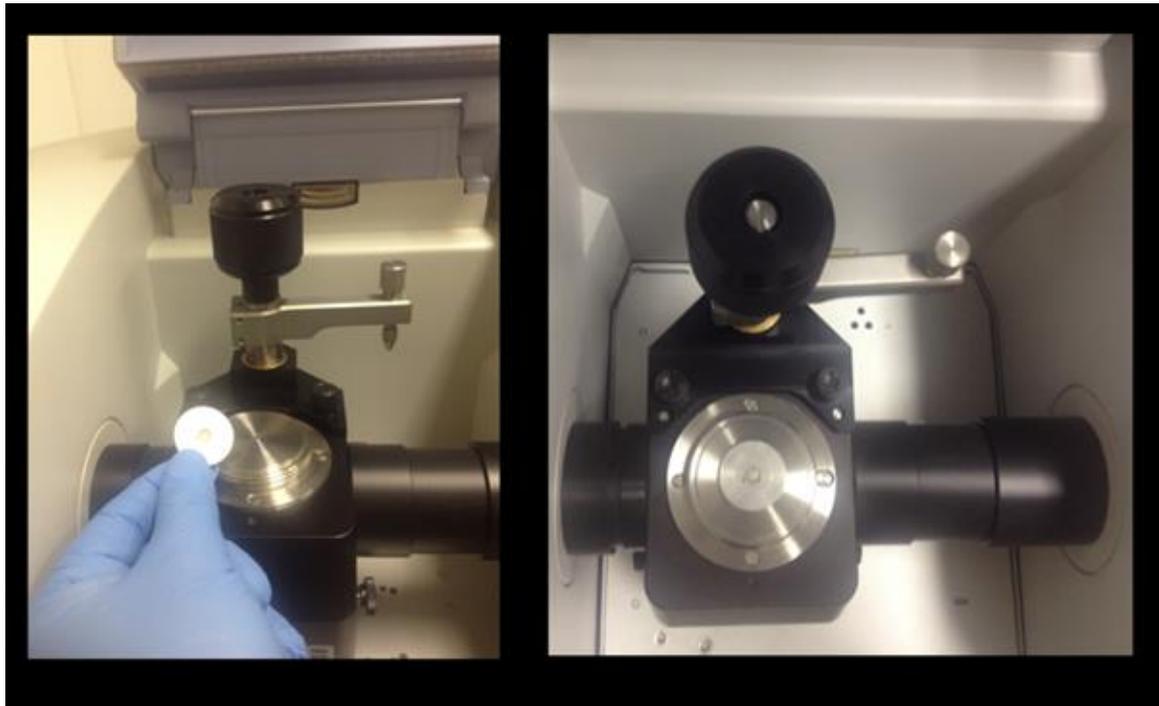
O GC foi determinado pela subtração do percentual de ligações duplas não convertidas (%C=C) de 100%.

$$GC = 100 \% - (\%C = C)$$

Figura 9 - PerkinElmer Spectrum 100 FTIR Fonte: <https://barybingroup.ku.edu>



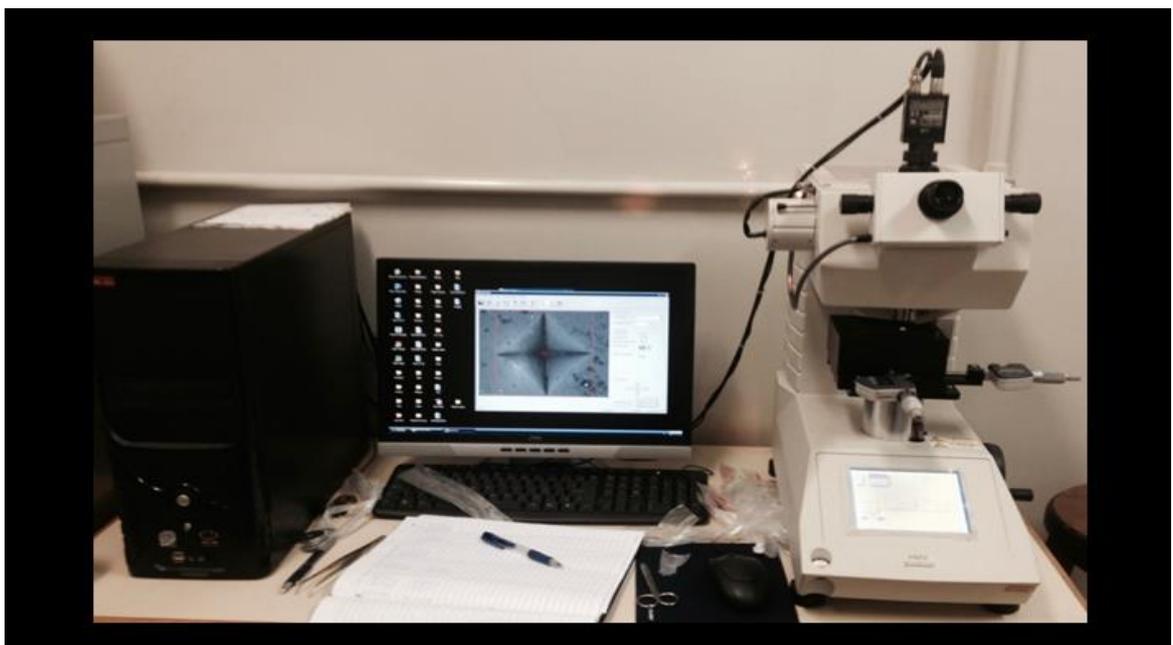
Figura 10 - Foto do corpo de prova sendo inserido e em posição para iniciar a leitura no FTIR



4.6 Ensaio de dureza Vickers

O teste de dureza escolhido para avaliação da capacidade de polimerização dos diferentes LEDs sobre as RCs, foi o teste de dureza Vickers (Fig. 11). A análise foi realizada com o auxílio do aparelho ultramicrodurômetro (Shimadzu HMV-2,

Figura 11- Foto do Microdurômetro Shimadzu HMV-2 Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan Fonte Laboratório Física UFMS.



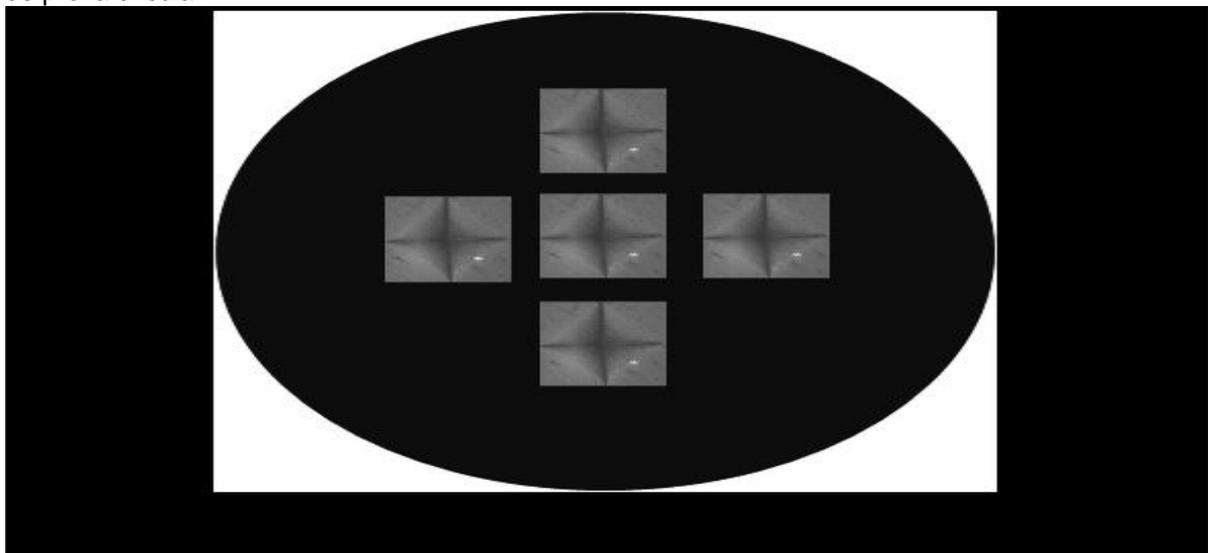
Kioto, JAPÃO) (Fig. 11-12) numa carga de 490 N (equivalente a 50 gf), por 10 segundos, após 24 horas à confecção dos CP.

O número de dureza Vickers (VHN, N/mm²) de cada amostra foi considerado a média das cinco indentações para topo e base. Disposição indentações no CP (Fig. 13) topo e base (ZAIA et al., 2013) e foto da indentação (Fig. 14). Totalizando 1.200, indentações. Os valores obtidos da dureza foram calculados pelo *software* de próprio aparelho.

Figura 12 Foto do corpo de prova posicionado no microdurômetro, realizando indentação

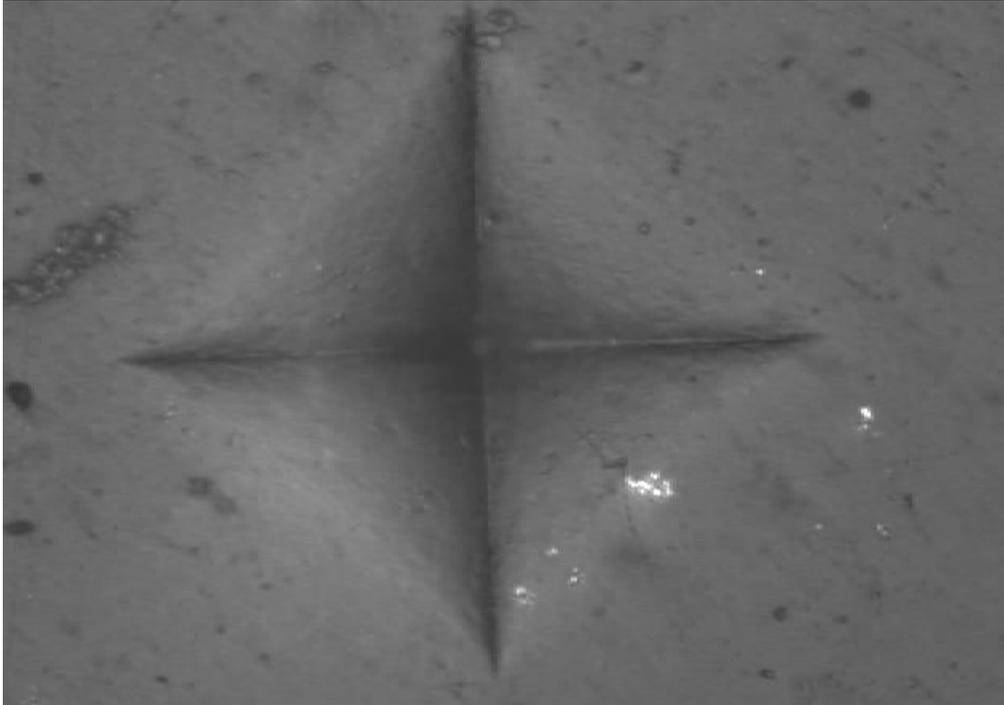


Figura 13 – Desenho esquemático das posições em que foram realizadas as indentações nos corpos de prova circular.



Os valores foram determinados inicialmente em micrômetros e, em seguida, transformados em valores de dureza Vickers (VHN). Como a carga é dada em kgf ou N e a diagonal em mm, a dimensão da dureza Vickers foi expressa em N/mm^2 .

Figura 14 – Foto da indentação GN subgrupo 4 mm tempo 10 segundos.



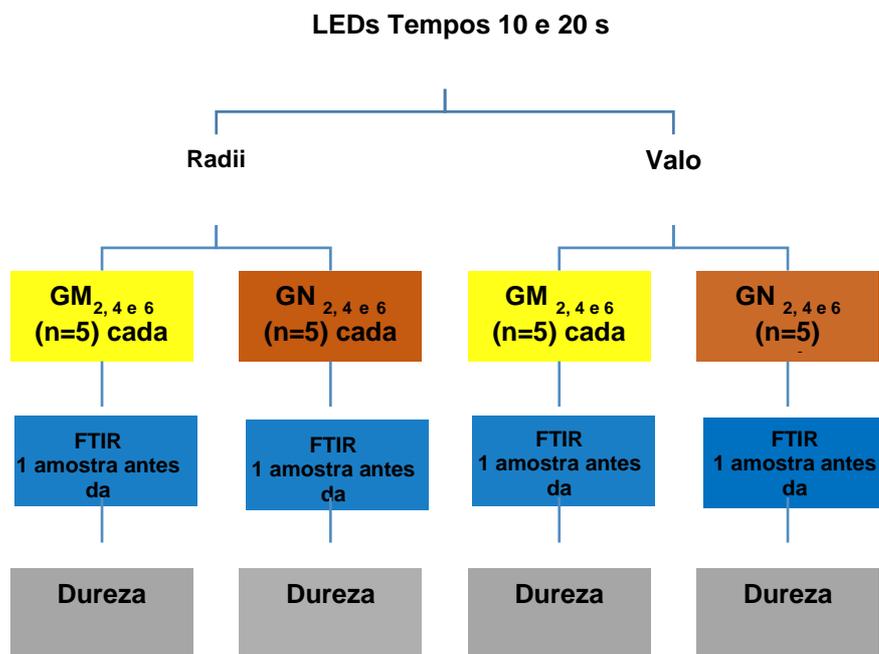
4.7 Análise estatística

A comparação entre os LEDs e entre as resinas, em relação à dureza e ao fator de conversão (FTIR) dos CP, mensurados no topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, nos tempos 10 e 20 segundos, foi realizada por meio do teste de Mann-Whitney, uma vez que a maior parte dos CP não passou no teste de normalidade de Shapiro-Wilk. Os demais resultados deste estudo foram apresentados na forma de estatística descritiva ou na forma de tabelas e gráficos. A análise estatística foi realizada por meio do programa estatístico SigmaPlot, versão 12.5, considerando um nível de significância de 5% (ROWE, 2007).

4.8 Fluxograma das análises laboratoriais e estrutura dos grupos

Estrutura dos grupos (Fig.15)

Figura 15 - Hierarquia das análises laboratoriais após a confecção dos corpos de prova.



5 RESULTADOS

Na Tabela 1 estão apresentados os resultados referentes à dureza dos CP, mensurados no topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, nas resinas GM e GN, fotopolimerizados pelos LEDs Valo ® e Ralii Cal ® SDI, nos tempos 10 e 20 segundos. Tanto no topo como na base, em todas as profundidades analisadas (2, 4 e 6 mm) e usando os LEDs Valo ® e Ralii Cal ® SDI, nos tempos 10 e 20 segundos, a dureza dos CP feitos em resina GN foi significativamente maior do que aqueles feitos em resina GM (teste de Mann-Whitney, $p < 0,001$, com exceção para os CP avaliados na base, na profundidade 6 mm, usando o LED Ralii Cal ® SDI, no tempo 20 segundos, onde $p = 0,023$). Esses resultados estão ilustrados nas figuras 17 a 20.

Na comparação entre os LEDs, na resina GN, a dureza dos CP fotopolimerizados com o LED Valo ® foi maior do que a dureza dos CP fotopolimerizados pelo LED Ralii Cal ® SDI nas seguintes situações: a) no topo, a 2 mm de profundidade, no tempo de 20 segundos ($p = 0,012$); b) no topo, a 4 mm de profundidade, nos tempos de 10 e 20 segundos ($p = 0,001$ e $p = 0,002$, respectivamente); c) no topo, a 6 mm de profundidade, no tempo de 10 segundos ($p = 0,010$); d) na base, a 2 mm de profundidade, no tempo de 10 segundos ($p < 0,001$); e) na base, a 4 mm de profundidade, nos tempos de 10 e 20 segundos ($p < 0,001$ para ambos os momentos); f) na base, a 6 mm de profundidade, no tempo de 20 segundos ($p < 0,001$). Para as demais comparações, envolvendo os CP em resina Nano, não houve diferença significativa entre os LEDs, em relação à dureza dos CP (valor de p variando entre 0,093 e 0,793).

Já na comparação entre os LEDs, na GM, a dureza dos CP fotopolimerizados com o LED Valo ® foi maior do que a dureza dos CP fotopolimerizados pelo LED Ralii Cal ® SDI nas seguintes situações: a) no topo, a 2 mm de profundidade, nos tempos de 10 e 20 segundos ($p < 0,001$ para ambos os momentos); b) no topo, a 4 mm de profundidade, no tempo de 20 segundos ($p = 0,017$); c) no topo, a 6 mm de profundidade, no tempo de 10 segundos ($p < 0,001$); d) na base, a 2 mm de profundidade, no tempo de 10 segundos ($p < 0,001$); e) na base, a 6 mm de profundidade, nos tempos de 10 e 20 segundos ($p = 0,006$ e $p < 0,001$, respectivamente). Por outro lado, na comparação entre os LEDs, ainda na resina GM, a dureza dos CP fotopolimerizados com o LED Ralii Cal ® SDI foi maior do que

a dureza dos CP fotopolimerizados pelo LED Valo ® nas seguintes situações: a) na base, a 2 mm de profundidade, no tempo de 20 segundos ($p=0,004$); b) na base, a 4 mm de profundidade, no tempo de 20 segundos ($p=0,005$). Para as demais comparações, envolvendo os CP em resina GN, não houve diferença significativa entre os LEDs, em relação à dureza dos CP (valor de p variando entre 0,120 e 0,352).

Os aparelhos, à base de LEDs avaliados neste estudo, apresentaram intervalos de comprimento de onda diferentes, em que o LED Valo ® apresentou um intervalo de 395-480 com pico de emissão de 470. E O LED Rádii Cal ® SDI intervalo de o pico de emissão de 440-480 com pico em 450 nm.

Na Figura 16 estão demonstrados os espectros de comprimento de onda do LED Rádii Cal ® SDI e Valo ® obtidos. Seus picos encontraram-se em 450 nm e 470 nm respectivamente.

Figura 16 - Gráfico apresentando os espectros de comprimento de onda antes de seu emprego, utilizando o espectrômetro (Espectrômetro *Ocean Optics* USB4000 na faixa entre 200-1100 nm) comprimentos de onda do LED e Valo ® SDI e Rádii Cal ® SDI. Pico azul LED Valo ® comprimento de onda de 470 e Rádii Cal ® SDI 450

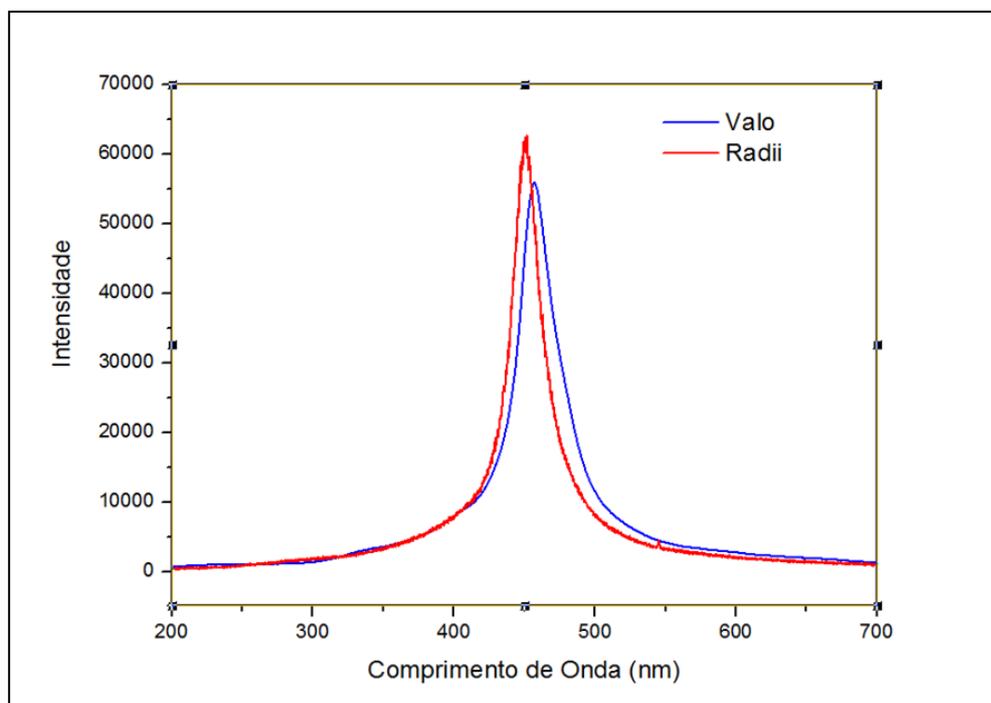


Tabela 1 - Resultados referentes à dureza dos CP, mensurados no topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, nas resinas GM e GN, fotopolimerizados pelos LEDs Valo® e Ratii Cal® SDI, nos tempos 10 e 20 segundos.

Local/ prof.	Resina	Tempo					
		10 s LED		Valor de p	20 s LED		Valor de p
		Valo	Ratii			Valo	
Topo							
2 mm	GN	78,59±5,92	78,28±5,24	0,793	81,53±2,97	79,01±4,00	0,012
	GM	68,57±5,34	58,00±6,24	<0,001	64,80±2,30	61,28±3,27	<0,001
Valor de p		<0,001	<0,001		<0,001	<0,001	
4 mm	GN	78,34±4,38	74,00±4,77	0,001	79,65±5,18	73,56±7,45	0,002
	GM	64,35±2,23	63,97±6,51	0,252	66,32±1,90	63,94±7,75	0,017
Valor de p		<0,001	<0,001		<0,001	<0,001	
6 mm	GN	79,45±5,74	72,00±9,88	0,010	77,94±2,53	75,43±7,11	0,093
	GM	65,50±2,42	58,10±2,83	<0,001	68,03±7,07	70,07±8,64	0,352
Valor de p		<0,001	<0,001		<0,001	0,023	
Base							
2 mm	GN	76,77±2,96	72,51±7,28	<0,001	74,47±9,62	75,26±3,68	0,342
	GM	61,25±5,71	52,35±2,15	<0,001	55,59±2,17	58,52±3,76	0,004
Valor de p		<0,001	<0,001		<0,001	<0,001	
4 mm	GN	77,36±5,14	66,22±4,44	<0,001	77,55±4,35	72,68±4,28	<0,001
	GM	51,94±0,95	55,65±7,10	0,120	53,80±1,85	54,86±10,82	0,005
Valor de p		<0,001	<0,001		<0,001	<0,001	
6 mm	GN	69,91±3,79	67,94±6,49	0,332	75,79±2,87	65,90±3,14	<0,001
	GM	55,04±7,27	51,89±1,77	0,006	53,28±2,19	51,12±0,88	<0,001
Valor de p		<0,001	<0,001		<0,001	<0,001	

Os resultados estão apresentados em média±desvio padrão da média. Valor de p no teste de Mann-Whitney, tanto na comparação entre resinas quanto na comparação entre LEDs.

Figura 17 - Gráfico apresentando a dureza no topo dos CP, a 10 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo ® e Ralii Cal ® SDI, n nas profundidades de 2, 4 e 6 milímetros. Cada coluna representa a média e a barra o desvio padrão da média. * Diferença significativa em relação à resina Nano (teste de Mann-Whitney, $p < 0,05$).

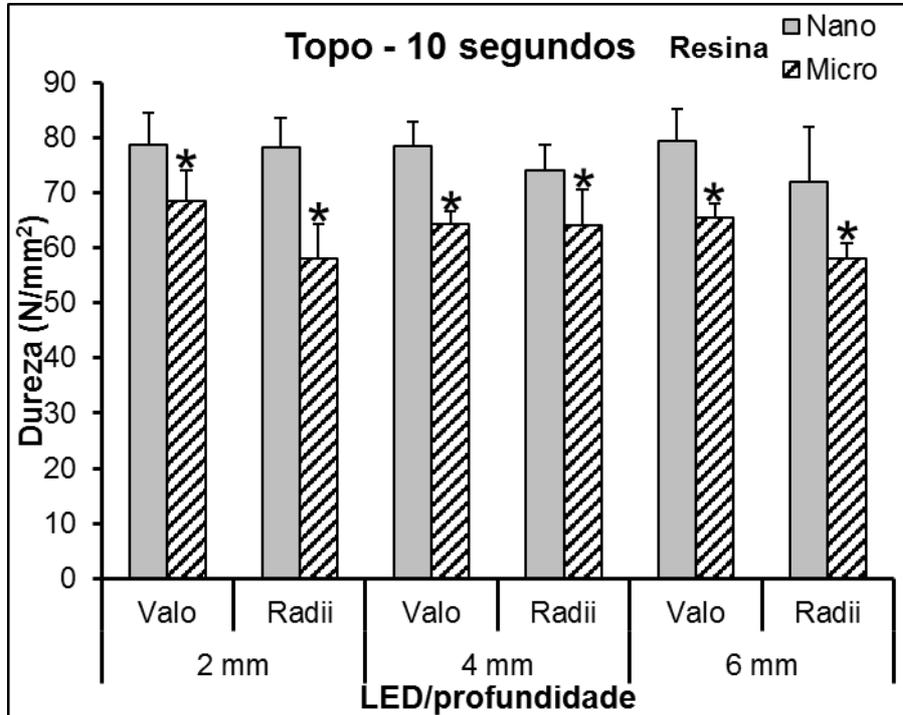


Figura 18 - Gráfico apresentando a dureza no topo dos CP, a 20 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo ® e Ralii Cal ® SDI, nas profundidades de 2, 4 e 6 milímetros. Cada coluna representa a média e a barra o desvio padrão da média. * Diferença significativa em relação à resina Nano (teste de Mann-Whitney, $p < 0,05$).

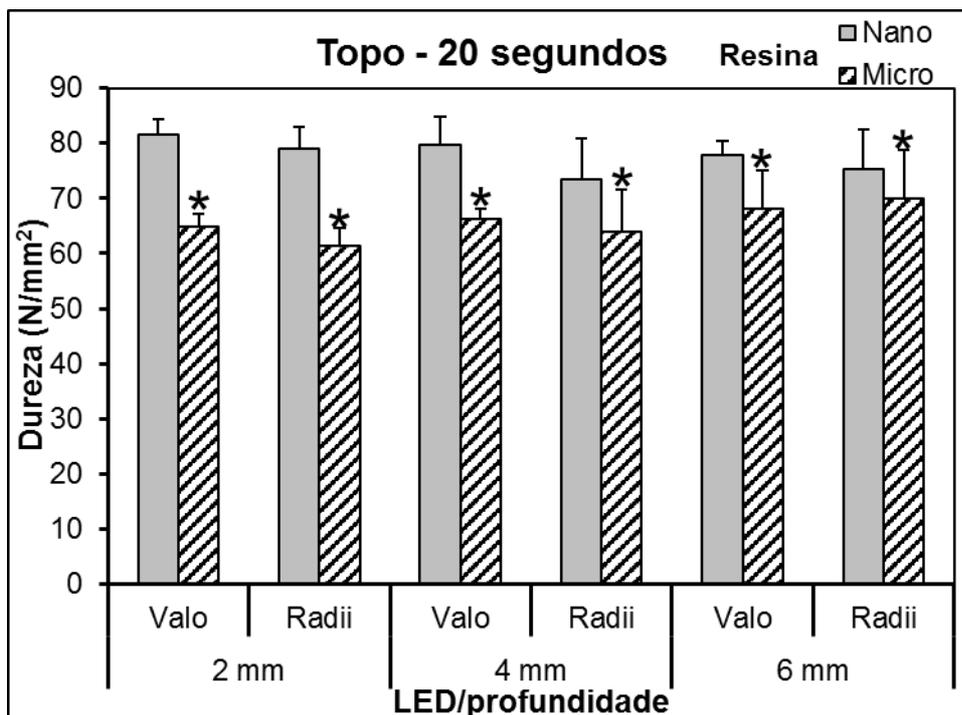


Figura 19 - Gráfico apresentando a dureza na base dos CP, a 10 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas pelos LEDs Valo® e Rádii Cal® SDI, nas profundidades de 2, 4 e 6 milímetros. Cada coluna representa a média e a barra o desvio padrão da média. * Diferença significativa em relação à resina Nano (teste de Mann-Whitney, $p < 0,05$).

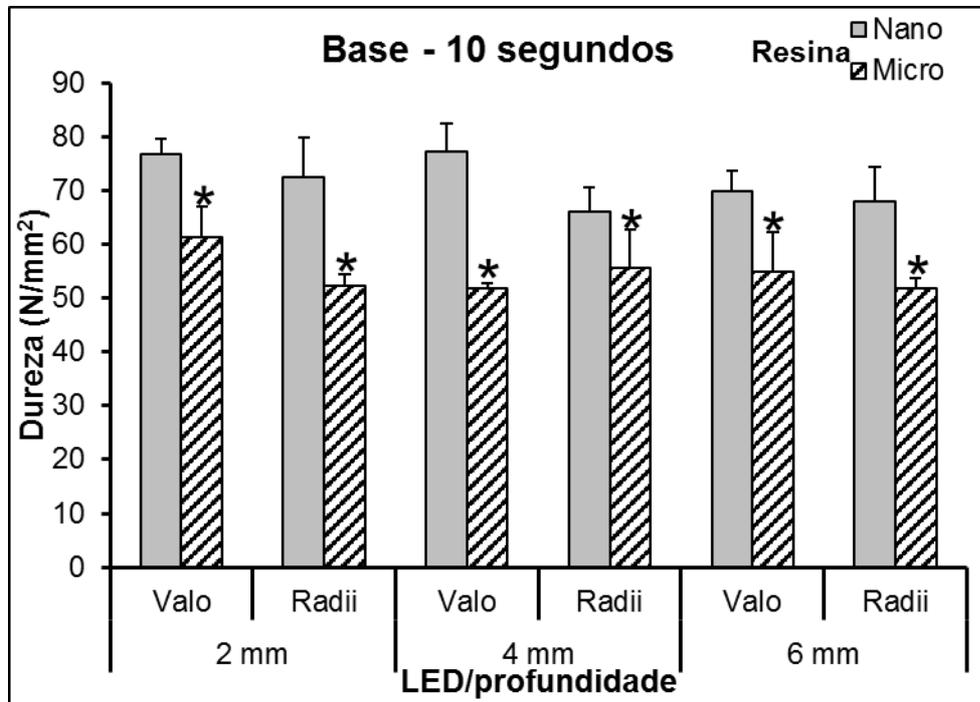
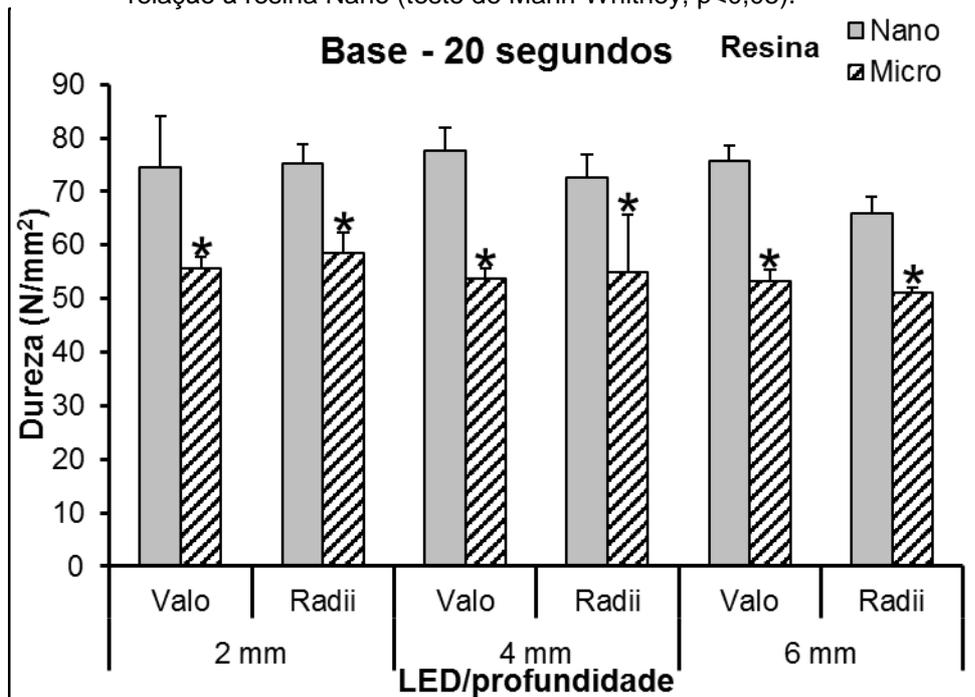


Figura 20 - Gráfico apresentando a dureza na base dos CP, a 20 segundos, do GN e GM, fotopolimerizadas, pelos LEDs Valo® e Rádii Cal® SDI, nas profundidades de 2, 4 e 6 milímetros. Cada coluna representa a média e a barra o desvio padrão da média. * Diferença significativa em relação à resina Nano (teste de Mann-Whitney, $p < 0,05$).



Os resultados referentes ao FTIR dos CP, mensurados no topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, nas resinas GM e GN, fotopolimerizados pelos LEDs Valo ® e Ralii Cal ® SDI, nos tempos 10 e 20 segundos, estão apresentados na Tabela 2. A FTIR dos CP feitos com a resina GM foi inferior àqueles do GN:

a) no LED Valo ®, no topo, no tempo de 10 segundos, nas profundidades de 2 e 4 mm ($p=0,008$, para ambas as profundidades); b) no LED Ralii Cal ® SDI, no topo, no tempo de 10 segundos, nas profundidades de 2 e 6 mm ($p=0,008$, para ambas as profundidades); c) no LED Valo ®, no topo, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 2 mm ($p=0,008$); d) no LED Valo ®, na base, no tempo de 10 segundos, nas profundidades de 2 e 4 mm ($p=0,008$, para ambas as profundidades); e) no LED Ralii Cal ® SDI, na base, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 6 mm ($p=0,008$); f) no LED Valo ®, na base, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 6 mm ($p=0,008$); g) no LED Ralii Cal ® SDI, na base, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 4 mm ($p=0,008$).

Por outro lado, a FTIR dos CP feitos com do GN foi inferior a do GM, no LED Ralii Cal ® SDI, no topo e na base, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 4 mm ($p=0,016$, no topo e $p=0,008$, na base). Para as demais comparações, não houve diferença significativa entre as resinas, em relação a FTIR dos CP (valor de p variando entre 0,151 e 0,690).

Além disso, a FTIR foi inferior nos CP fotopolimerizados pelo LED Valo ®, quando comparados com aqueles fotopolimerizados pelo LED Ralii Cal ® SDI:

a) no GN, no topo, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 2 mm ($p=0,008$); b) no GM, na base, nos tempos de 10 e 20 segundos, na profundidade de 2 mm ($p=0,008$ para ambos os tempos); c) no GN, na base, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 2 mm ($p=0,008$); d) no GN, na base, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 6 mm ($p=0,008$); e) no GM, na base, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 6 mm ($p=0,008$).

Por outro lado, a FTIR foi negativa nos CP fotopolimerizados pelo LED Ralii Cal ® SDI, quando comparadas com aqueles fotopolimerizados pelo LED Valo ®: a) no GN, no topo, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 2 mm ($p=0,008$); b) no GM, no topo, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 2 mm ($p=0,008$); c) no GN, no topo, no tempo de 20 segundos, nas profundidades de 4 e 6 mm

($p=0,008$ para ambas as profundidades);d) no GN, na base, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 4 mm ($p=0,008$);e) no GM, na base, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 4 mm ($p=0,008$);f) no GN, na base, no tempo de 20 segundos, na profundidade de 6 mm ($p=0,008$); g) no GM, na base, no tempo de 10 segundos, na profundidade de 6 mm ($p=0,008$). Para as demais comparações, não houve diferença significativa entre os LEDs, em relação a FTIR dos CP (valor de p variando entre 0,151 e 0,690).

Os espectros de absorção na região do infravermelho (FTIR) do grau de conversão mononérica obtidos nos grupos consideram o tempo de fotoativação. A faixa de 1608 a 1638 cm^{-1} do espectro de infravermelho foi selecionada para a utilização nas análises por ser a faixa mais representativa das diferenças presentes nos espectros estudados, podem ser observados na (Fig 21.)

Figura 21 espectros do GN – subgrupo 4 mm

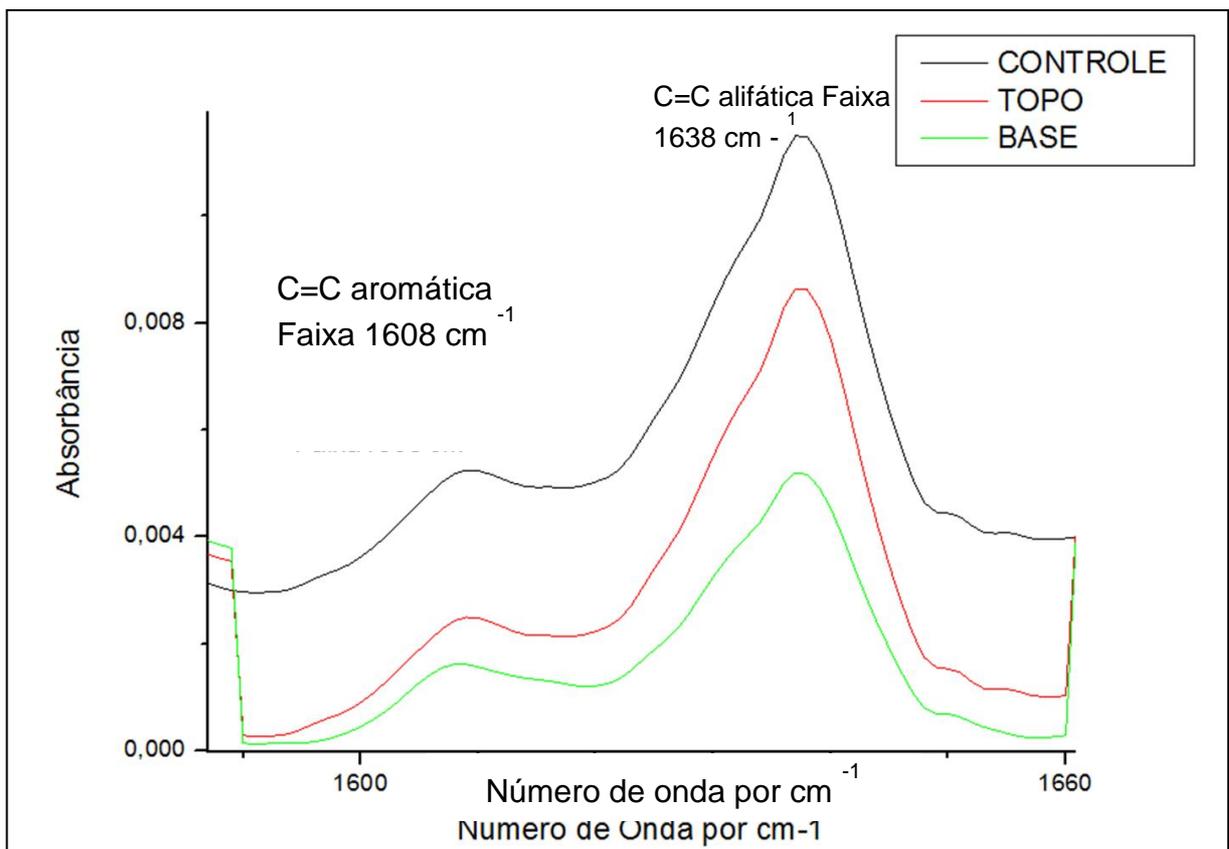


Tabela 2 - Resultados referentes ao fator de conversão (FTIR) dos CP, mensurados o topo e na base, a 2, 4 e 6 mm de profundidade, no GM e GN, fotopolimerizados pelos LEDs Valo ® e Radii Cal ® SDI, nos tempos 10 e 20 segundos.

Local / prof.	Res.	Tempo					
		10 s LED		Valor de p	20 s LED		Valor de p
		Valo	Radii		Valo	Radii	
Topo							
2 mm	GN	-9911,92±1,27	-9824,55±4,65	0,008	-9849,53±19,02	-9934,89±2,36	0,008
	GM	-9938,97±18,92	-9999,99±0,001	0,008	-9929,15±2,31	-9956,43±39,84	0,690
	Valor de p	0,008	0,008		0,008	0,690	
4 mm	GN	-9936,25±4,31	-9976,68±52,12	0,151	-9917,88±1,30	-9937,61±1,14	0,008
	GM	-9898,57±24,80	-9881,09±4,07	0,151	-9919,28±2,03	-9853,99±57,84	0,151
	Valor de p	0,008	0,016		0,310	0,151	
6 mm	GN	-9859,58±80,26	-9846,90±23,29	0,310	-9858,59±32,53	-9931,29±2,01	0,008
	GM	-9941,05±87,09	-9927,65±5,73	0,690	-9933,07±92,91	-9933,07±5,91	0,690
	Valor de p	0,222	0,008		0,222	0,222	
Base							
2 mm	GN	-9879,66±35,18	-9855,22±10,82	0,151	-9999,98±0,02	-9934,31±4,15	0,008
	GM	-9999,98±0,001	-9871,41±70,76	0,008	-9999,98±0,02	-9932,77±34,24	0,008
	Valor de p	0,008	0,841		0,690	0,421	
4 mm	GN	-9808,15±39,41	-9999,99±0,00	0,008	-9912,11±49,50	-9935,39±0,75	0,151
	GM	-9907,53±4,53	51190,90±136620,58	0,690	-9963,20±20,78	-9999,96±0,00	0,008
	Valor de p	0,008	0,008		0,151	0,008	
6 mm	GN	-9931,18±1,89	-9841,19±12,36	0,008	-9898,09±37,89	-9940,41±2,11	0,008
	GM	-9968,44±70,39	-9999,97±0,01	0,008	-9999,96±0,02	-9946,45±27,41	0,008
	Valor de p	0,151	0,008		0,008	0,151	

Os resultados estão apresentados em média±desvio padrão da média. Valor de p no teste de Mann-Whitney, tanto na comparação entre resinas quanto na comparação entre LEDs.

6 DISCUSSÃO

As propriedades mecânicas das RCs são influenciadas não somente por sua composição química, mas também pelo GC (CALHEIROS et al., 2004; RODRIGUES et al., 2009; RUTTERMANN et al., 2010). O GC de uma resina normalmente está em torno de 45-75%, pois sua reação de polimerização nunca ocorre por completo (PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005; COSTA et al., 2009).

O teste de dureza dos materiais resinosos é um parâmetro que tem relevância para verificar o comportamento das restaurações no ambiente oral (LA TORRE et al., 2003; YAZICI et al., 2007; RODRIGUES et al., 2009). O valor de dureza da superfície pode ser correlacionado à sua conversão (WANG, 2003; SANTOS et al., 2007; CEBALLOS et al., 2009; COSTA et al., 2009). Os resultados, porém, podem variar, baseados nas condições do teste, porcentagem das partículas de carga, matriz orgânica e na reação de polimerização das RCs (STANSBURY et al., 2005; SILVA et al., 2008).

Assim, o emprego dos testes de dureza Vickers contribui para a avaliação das propriedades mecânicas do material resinoso, e os resultados obtidos após a aplicação dos referidos testes possibilitam a análise do GC da RC, e de sua dureza (HOSSEINALIPOUR et al., 2010).

A dureza é considerada uma propriedade física essencial nas RCs (OGLIARI et al., 2008; FLURY et al., 2014; OLIVEIRA et al., 2015). O conhecimento dessas propriedades é importante na Odontologia e está relacionado com a indicação e longevidade clínica (SOUZA et al., 2009; CATELAN et al., 2010; MENEZES et al., 2014), pois quando afetada a dureza, isso pode gerar uma série de alterações como: dissolução do material e deterioração que levam a respostas biológicas indesejáveis, citotoxicidade, genotoxicidade (OGLIARI et al., 2008; GEURTSSEN et al., 2011; SIGUSCH et al., 2012) que podem afetar o equilíbrio e ocorrer proliferação bacteriana na superfície da RCs (KHALICHI et al., 2009; BRAMBILLA et al., 2009), aumento da rugosidade do material, alterações de cor e menor longevidade da restauração (FÚCIO et al., 2008; MENEZES et al., 2014).

Os resultados referentes à dureza encontrados, neste estudo, demonstraram que o GN (Filtek Z 350 XT (3M ESPE™)) obtiveram os maiores valores de resistência à indentação tanto no topo como na base de todas as profundidades analisadas (2, 4 e 6 mm), utilizando ambos LEDs, Valo ® 1000 mW/cm² (densidades de energias

radiantes de 10 J/cm² e 20 J/cm²) e Rádi Cal ® SDI 1,200 mw/cm² (12 J/cm² e 24 J/cm²), nos tempos 10 e 20 segundos. A dureza desses CP foi significativamente maior do que aqueles encontrados no GM (Vit-I-escence™) (teste de Mann-Whitney, p<0,001) (Tabela-1) e (Gráficos 17-20).

Esse resultado pode ser justificado em função da resina de o GN apresentar uma combinação de cargas de nanopartículas de sílica não aglomeradas com partículas aglomeradas de sílica-zirconia. Essas combinações variam de tamanho entre 0,6 e 1,4 µm denominados de nanoaglomerados. A combinação de partículas nanométricas para as formulações de nanoaglomerados reduz o espaço intersticial de partículas de carga concomitantemente a isso, aumenta a sua porcentagem, melhorando as propriedades físicas/mecânicas de resistência e desgaste (WARD, 2005; GODOY, 2008; MONTENEGRO et al., 2010). Essa melhoria na fase inorgânica alcançou mais 80% em peso comparando-se com GM de 70-75%. O maior valor de dureza encontrado no GN pode ter, entretanto mais relação com a quantidade de carga presente na matriz orgânica do que a composição da mesma (MONTENEGRO et al., 2010).

Os resultados deste estudo divergem de Dewald; Ferracane (1987); Koupis et al. (2006); Clifford et al. (2009); Ribeiro et al. (2011); Zaia et al. (2013) com relação à dureza encontrada no topo e na base. Esses autores encontraram valores de dureza da superfície de topo diferentes do que os da base. Tais diferenças podem estar relacionadas com a metodologia utilizada pelos autores que diferem desse estudo. Essa variação de valores foi descrita, por Stansbury et al. (2005). Apesar da diferença não ter sido encontrada entre valores topo e base, a polimerização do GN pode ser considerada adequada, pois a razão entre os mesmos, foi superior a 0,80 (PILO; CARDASH, 1992). Corroborando com Camargo et al. (2009) sugeriu-se uma taxa aceita de dureza (superfície externa/superfície interna) adequada à proporção de 0,80. Isto significa que a porção interna deve ter valor igual ou superior a 80% ao da superfície externa.

Considera-se ainda a relação dos monômeros, pois ambos os grupos de resinas utilizadas continham o bisfenol A-glicidilmetacrilato (BisGMA) como monômero de base em sua composição. Entretanto, somente o GN continha os diluentes TEGDMA e Bis-EMA, aumentando-se a porcentagem de monômeros dimetacrilatos diluentes na fase orgânica (CADENARO et al., 2009; MONTENEGRO et al., 2010; BEUN et al., 2012). Esse aumento pode melhorar tanto a resistência

mecânica quanto à densidade de ligações cruzadas (OGLIARI et al., 2008; CEBALLOS et al., 2009; QUILES et al., 2015). Os diluentes, além de reduzir a viscosidade, possibilitam o aumento no GC do polímero (FERRACANE; GREENER, 1986; GONÇALVES et al., 2009). O alto número de duplas ligações por unidade de peso na cadeia principal flexível da molécula proporciona a ocorrência de alto GC durante a polimerização. Além disso, a baixa viscosidade possibilitada por esses diluentes permite uma maior incorporação de carga à matriz orgânica, além de gerar alto grau de ligações cruzadas e de moléculas compactas gerando uma matriz resinosa muito resistente (OGLIARI et al., 2008; CEBALLOS et al., 2009).

Quiles et al. (2015) sugeriram compósitos que possuem Bis-EMA substituindo totalmente ou parcialmente o Bis-GMA na formulação das matrizes orgânicas, podendo melhorar tanto a resistência mecânica quanto à densidade de ligações cruzadas. Essas evidências permitem justificar resultados observados neste estudo no valor de dureza maior, em resinas do GN quando comparado ao GM, pois o GN contém em sua formulação tanto o TEGDMA como o Bis EMA. Contrariamente, esses diluentes são ausentes no GM.

O GN demonstrou valores significativamente maiores, independentemente dos LEDs quando comparado a densidades de potência, pois ambos atingiram o comprimento de onda coincidentemente com a CQ presentes no GN e GM (OGUNYINKA et al., 2007). Pode-se ainda sugerir uma diminuição do tempo de fotopolimerização das resinas utilizando ambos os LEDs, ao se verificar que as diferenças de intensidades de luz podem não ter tanta influência, pois os LEDs configuraram densidades de energias radiantes diferentes LED Radii Cal® SDI, modo *ramp* com 12 J/cm² e 24 J/cm² e Valo® (programa *Standart*) com 10 J/cm² e 20 J/cm².

A matiz B1 considerada clara, utilizada neste estudo, pode ter motivado um maior desempenho da dureza no GN e, no GM, quando analisados isoladamente. Segundo Bandeira et al. (2007); Francci et al. (2007); Firoozmand et al. (2009); Leprince et al. (2013) aludiram que resinas claras possuem maiores valores de dureza do que RCs de matizes mais escuras. Aguiar et al. (2005) mostraram que matiz mais escura e opacidade das resinas compostas são capazes de afetar a polimerização e, conseqüentemente, a dureza do material, devido à menor penetração da luz no interior do compósito resinoso.

Contudo, maiores valores de dureza encontrados no GN quando comparado ao GM, podem ter ocorrido em função da possibilidade de conter fotoiniciadores em adição à CQ. Portanto, o comprimento de onda mais amplo do LED de terceira geração pôde contribuir para o melhor desempenho da dureza em CP com 2 mm de espessura em profundidades de 2 e 4 mm nos tempos de 10 e 20 segundos e 6 mm em 10 s (Tabela 1).

No entanto o maior valor de dureza obtido no GM na profundidade 6 mm, usando o LED Radian Cal® SDI, no tempo 20 s, onde ($p=0,023$), pode ter ocorrido, devido à uma maior concentração de partículas de carga no momento da manipulação e confecção dos CP, contribuindo em maior dureza neste momento (3M ESPE, 2010). Uma correlação positiva tem sido demonstrada entre dureza e o conteúdo de carga inorgânica dos compósitos (BOYER et al., 1982).

De modo contrário, os CP do GM, quando comparados ao GN, obtiveram, em geral, menor dureza e resistência mecânica. O resultado ainda foi estatisticamente significativo ($<0,001$). Esse fato pode ter ocorrido por essa RC apresentar partículas de carga com formato irregular que variam entre 0,4 – 0,7 com cerca de 70% em peso que podem ter contribuído para o aumento da dureza (SABBAGH et al., 2004; MONTENEGRO et al., 2010).

O tamanho, o tipo e a quantidade de partículas de carga que compõem uma RC influenciam diretamente o processo de polimerização (SOH; YAP, 2004; MONTENEGRO et al., 2010). A dispersão da luz no interior da RC é máxima quando as partículas de carga apresentam metade do tamanho do comprimento de onda da luz de ativação (450 – 500 nm) (MOUSAVINASAB; MEYERS, 2011). Mesmo o GM obtendo menores valores de dureza em relação ao GN, ainda assim, pode-se considerar um bom desempenho dos GM.

Com relação aos LEDs de segunda e terceira geração, eles têm sido utilizados, para promover melhorias nas propriedades físicas e mecânicas das RCs e na profundidade de polimerização, além de diminuir o tempo para esse processo (MEHL et al., 1997; MOBARAK et al., 2009).

LEDs de segunda geração dispõem de modelos que utilizam um chip de alta potência com uma área superficial maior que emite somente a faixa de comprimento de onda correspondente à cor azul do espectro visível. Seu aumento de potência foi uma forma de reduzir possíveis implicações na profundidade de cura nas diversas situações clínicas. Esse LED, por sua vez, não tem a capacidade de ativar alguns

fotoiniciadores e, conseqüentemente, pode haver problemas na reação de polimerização, podendo influenciar em varias propriedades das restaurações de RC (SILVA et al., 2008).

O LED de terceira geração utiliza vários tipos diferentes de LEDs para fornecer uma saída espectral mais ampla em comparação com a potência espectral mais estreita de luzes de cura de segunda geração (PRICE et al., 2006). Essas luzes podem polimerizar uma ampla gama de resinas que possuem fotoiniciadores diferentes do que as luzes de segunda geração (PRICE et al., 2005; HICKS et al., 2005). A irradiância e a potência de saída do LED de terceira geração excedem 1,000 Mw/ cm² e 8 W, respectivamente (UHL et al., 2005; SATSUKAWA et al., 2005).

A densidade de energia (densidade de potência x tempo de exposição) influencia diretamente o GC, a profundidade de polimerização e as propriedades físico-mecânicas das RCs (SAKAGUCHI; BERGE, 1998). A densidade de potência constitui-se num dos parâmetros com influência direta da cinética da polimerização. Deve-se também conceber os efeitos adversos de altas doses de irradiância fornecidas no processo de polimerização. De modo geral, quanto maior a densidade de potência da fonte de luz, maior será a reação inicial de polimerização (PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005). Contudo, Hannig et al. (1999); Stewardson et al.(2004); Peutzfeldt; Asmussen (2005); Rastelli et al. (2008b); Atai; Motevasselian (2009); Ferracane et al.(2010); Watts; Alnazzawi (2014); Randolph et al.(2014) sugeriram o efeito negativo da aplicação de elevadas intensidades de luz que pode inferir no comportamento viscoelástico do material, pelo aumento da rigidez, do estresse gerado pela rápida velocidade de reação e o aumento da temperatura e da contração de polimerização. Ainda, contrariamente ao que se espera, elevadas densidades de potência não contribuem para um aumento significativo no GC (PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005).

A relação entre o grau de conversão e densidade pode ser explicada pela reação inicial mais rápida e ainda, contribuir para a limitação da conversão em decorrência das duplas ligações de carbono, localizadas nos grupos funcionais dos monômeros, ficarem retidas e imóveis no interior das cadeias poliméricas formadas abruptamente e impedidas de reagirem, levando a restrição da propagação de grupamentos pendentes. Gerando uma contração e conseqüentemente a redução do GC dos materiais a base de metacrilato quando irradiados com alta densidade de

potência (FRANCO; LOPES, 2003; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005; SILVA et al., 2008). Por outro lado, ao utilizar menores densidades, gera menos força de contração de polimerização. Porém, caracteriza estruturas poliméricas mais frágeis com possíveis implicações nas características físico/químicas/mecânicas (NUNES, 2006).

Embora a maioria dos estudos tente padronizar a densidade de potência para minimizar a interferência de sua variação nos resultados (SOH; YAP, 2004; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005; SILVA et al., 2008; LOPES et al., 2009), o presente estudo optou por variar o tempo de exposição e verificar o efeito da variação da densidade de potência decorrente do uso de diferentes modos (programas) de fotoativação. Os programas de fotoativação o LED Raddi Cal® SDI com intensidade de luz de 1.200 mW/cm^2 no programa *ramp* (durante os primeiros cinco segundos a potência da luz emitida pelo Raddi Cal® SDI aumenta gradualmente), configuram densidades de energias radiantes de 12 J/cm^2 no tempo de 10 segundos e 24 J/cm^2 , no tempo 20 segundos. O LED Valo® (Ultradent, South Jordan, Utah, EUA) com intensidade de luz de 1.000 mW/cm^2 (programa *Standard* energia constante) com 10 J/cm^2 e 20 J/cm^2 em tempos respectivos. Apresenta sistema colimado, que leva o paralelismo dos feixes de luz e, mantém a intensidade sobre uma maior variação de distância, proporcionando um melhor alinhamento direcionado, ao pico máximo de absorção da CQ.

Os resultados dos GN e GM isolados mostraram que, em ambas superfícies topo e base, a dureza superficial não foi afetada. Sugere-se então que ambos fotopolimerizadores LEDs foram capazes de polimerizar a resina composta de modo semelhante em CP de 2 mm de espessura de mesmo grupo, em todas as profundidades, pois apresentaram homogeneidade na intensidade de fótons de luz emitida através de sua ponta ativa (FRANCO; LOPES, 2003; KARBHARI; STRASSLER, 2007; ARIKAWA et al., 2008) e ainda, pela capacidade de reduzir o tempo de exposição mesmo em diferentes profundidades, ao utilizar tais LEDs (FELIX et al., 2006; BORGES et al., 2009). Corroborando com os achados de Pequeno et al. (2012) no que diz respeito ao tipo de fotopolimerização e com o fato que ambos os LEDs apresentarem intensidade de luz incidente suficientes as duas superfícies, pois tinha, comportamentos semelhantes e o comprimento de ambos estão dentro do espectro de absorção da CQ, fotoiniciador presente nas RCs utilizadas.

Outro fator que pode ter contribuído para a ocorrência desses resultados é a possível presença, do GN, além da CQ conter fotoiniciadores acilfosfínicos (PPD – phenyl propanodione, BAPO – bis-acryl-phosphinoxide ou Lucerin TPO dentre outros) que não são citados pelo fabricante do material. Esses fotoiniciadores absorvem energia fora do espectro da luz emitida pelos aparelhos à base de LEDs de segunda geração (FRANCO; LOPES, 2003; PEREIRA et al., 2003), por isso a necessidade de se utilizar LED de terceira geração, que emite luz em alta intensidade como também o faz em diferentes comprimentos de onda (COSTA et al., 2008).

Esses fotoiniciadores estão cada vez mais presentes nos compósitos em função da popularização do clareamento dental e da consequente necessidade de RCs de matizes mais claras. A diferença de ampla gama de absorção do LED Valo® (terceira geração) e o fato do LED Valo® possuir um Feixe de luz colimado que proporciona um paralelismo dos feixes de fótons/luz, sugere maior direcionamento na RC, empregada no presente estudo, o que acarreta numa maior polimerização final do GN e, conseqüentemente, em maiores valores de dureza Vickers em relação ao compósito resinoso do GM.

O GC dos monômeros resinosos pode ser avaliado por meio de métodos diretos, como a FTIR (RENCZ et al., 2012), que identifica quimicamente a presença de monômeros residuais. Eles podem ser lixiviados do polímero causando irritação aos tecidos moles, sensibilidade pós-operatória, agressão à câmara pulpar, irritação pulpar, falhas observadas clinicamente, concentração de bactérias e possivelmente, microfissuras que resultariam em cáries secundárias, levando a respostas biológicas indesejáveis (BRAMBILLA et al., 2009). Os monômeros não reagidos que ficarem presos na matriz podem diminuir a vida útil do material, através da oxidação e da degradação hidrolítica, que poderão se manifestar na forma de descoloração da restauração e desgaste acentuado (TANAKA et al., 1991).

Diferentes metodologias têm sido utilizadas pelos autores para verificar o GC das RCs na FTIR (FERRACANE; GREENER, 1986; CONTI et al., 2005). Dentre elas, existe a necessidade de triturar o corpo de prova (CP), devido à dureza da RC quando polimerizada, adicionar KBr, e confeccionar uma pastilha para após analisar na FTIR. Mas, nesse processo, podem ocorrer perdas, pois nem todo CP triturado vai ser utilizado. O espectro obtido pode conter bandas extras cristalinas ou o CP pode reagir com o KBr, produzir bandas espúrias e se ater também ao controle de

qualidade do KBr, pois sua qualidade impacta diretamente na obtenção de um bom espectro. Essas probabilidades certamente implicarão a confiabilidade do espectro quantitativo da análise, podendo ser afetada, dificultando a comparação dos valores (HAACK, 2010).

Neste estudo, utilizaram-se para o GC, por meio de análise na FTIR CP, circulares exibindo 5 mm de diâmetro e 2 mm de espessura, intactos polimeirizados submetidos diretamente ao cristal de Germânio para subsequente leitura. Isso sugeriu inicialmente poder identificar com mais confiabilidade os monômeros residuais na polimerização ainda presentes nos CP do GN e GM submetidos à fotopolimerização em profundidades de (2, 4 e 6 mm) utilizando dois LEDs: Valo ® e Ralii Cal ® SDI com densidades diferentes. Trata-se de densidades distintas da que Pereira et al. (2000) sugeriram, com aproximadamente 16 J/cm² com intensidade de 400 mW/cm².

Dessa forma, o êxito de um procedimento restaurador está diretamente relacionado ao bom desempenho do aparelho fotopolimerizador. Contudo (FREITAS et al., 2011) demonstrou que mais de 90% dos aparelhos fotopolimerizadores pesquisados não se encontravam com a potência mínima adequada para fotoativação da RC.

O GC representa uma importante análise por meio dos componentes químicos desses materiais. As ligações formadas entre as moléculas da RC ocorrem no estágio inicial da fotoativação e vai se propagando formando um polímero. A intensidade de luz do LED está diretamente relacionada à sua qualidade (FERRACANE; GREENER, 1984).

A metodologia utilizada neste estudo para análise na FTIR possibilitou avaliar o GC de monômeros em polímeros da RCs, nos tempos de exposição de 10-20 segundos com densidades de energias radiantes de 10 J/cm² no tempo 10 segundos e 20 J/cm² a 20 segundos, utilizando o LED Valo ® e, LED Ralii Cal ® SDI com 12 J/cm² a 10 segundos e 24 J/cm² no tempo 20 segundos. As avaliações foram expressas em porcentagem, pela identificação das ligações duplas de carbono que não reagiram durante a polimerização.

A obtenção do GC dos monômeros foi realizada por meio da mensuração das alturas (intensidade) dos picos do espectro resultante da análise FTIR, utilizando o programa Origin ® 7.0 para realizar a confecção dos gráficos e registrar as bandas dos picos dos espectros. Com base nessas alturas, o cálculo do GC foi realizado por

meio da razão entre intensidades da banda FTIR das ligações Alifáticas C=C (1638 cm^{-1}) da resina polimerizada e não polimerizada, utilizando um padrão interno de referência a banda vibracional C-C aromática (1608 cm^{-1}), cuja altura permanece inalterada durante o processo de polimerização (BEUN et al., 2007). Esses valores foram lançados na Equação 1 descrita de modo a se obter o GC monomérica dos compósitos estudados.

Na Figura 21, pôde-se observar que essa técnica de CP de RC intacta, ou seja sem triturá-la, para análise na FTIR pôde ser realizada, pois as duplas ligações de carbono se encontravam na faixa entre 1608 e 1638 cm^{-1} . Verificou-se assim a presença de monômeros residuais demonstrados graficamente. Faixa essa, observada no estudo de Bassi em (2012), que examinou no FTIR o pico correspondente as cadeias alifáticas em tempo real de polimerização até 300 s. Verificou que a conversão das duplas ligações de carbono no pico correspondente as cadeias alifáticas ocorrem principalmente nos primeiros segundos com a fotoativação da resina.

Neste estudo, pôde-se ressaltar que os valores obtidos variaram entre os LEDs. Na tabela 2, observam-se algumas discrepâncias entre os valores. Essa variação pode ser pelo fato de o feixe do infravermelho passar num ponto apenas do CP, não sendo dessa forma, representativo a todo corpo de prova isoladamente. Esse fato que nos leva a sugerir ajustes futuros na metodologia empregada, indicando a necessidade de se realizar leituras em outros pontos do mesmo corpo de prova, obtendo assim, uma área maior e inferir uma média para verificar sua representatividade.

No entanto, analisando de uma forma geral os valores de dureza alcançados com relação as RCs fotopolimerizadas com o LED de maior amplitude no comprimento de onda obtiveram-se os maiores resultados de dureza, pois determinou maior percentual de C-C (1608 cm^{-1}), o que significa uma maior conversão de C=C para C-C do que o LED Ralii Cal ® SDI.

Tanto o teste de dureza como a análise na FTIR revelaram que os LEDs promoveram espectros representativos na conversão dos monômeros (C=C), e que o LED Valo ®, quando analisado, revelou que o GC foi maior do que o LED Ralii Cal ® SDI.

Ao considerar que a composição da RC apresenta estreita relação com o fotopolimerizador, é essencial se atentar ao processo de polimerização, assim como

seus efeitos e que eles façam parte da compreensão dos profissionais da área, com vistas a minimizar as intercorrências e favorecer um melhor desempenho do procedimento restaurador.

Em face ao exposto, é essencial avaliar os benefícios e prejuízos que as diferentes densidades de potência podem trazer ao resultado final da restauração, observando as composições das RCs, empreendendo os recursos técnicos/operacionais que diminuam os efeitos deletérios à restauração.

7 CONCLUSÕES

Na comparação entre os LEDs, no grupo nanoparticulado, a dureza dos corpos de prova fotopolimerizados com o LED Valo ® obteve melhor resultado do que a dureza dos corpos de prova do fotopolimerizados pelo LED Ralii Cal ® SDI.

A dureza dos corpos de prova das resinas compostas nanoparticuladas, foi significativamente maior que as microhíbridadas, tanto no topo como na base.

Por meio do método de FTIR, evidenciaram-se menos monômeros residuais nos corpos de prova do grupo nanoparticulado. Ou seja, maior grau de conversão, e maior dureza tanto no topo como na base. Quando comparado ao grupo microparticulado.

Na comparação entre os LEDs, a eficiência do LED Valo ® foi maior do que o LED Ralii Cal ® SDI.

REFERÊNCIAS*

Alvin HH, Alecio AC, Vasconcellos WA, Furlan M, de Oliveira JE, Saad JR. Analysis of camphorquinone in composite resins as a function of shade. *Dent Mater.* 2007; 23(10):1245-49.

Aguiar FH, Lazzari CR, Lima DA, Ambrosano GM, Lovadino JR. Effect of light curing tip distance and resin shade on microhardness of a hybrid resin composite. *Braz Oral Res.* 2005; 19(4): 302-306.

Anusavice KJ. Philips. *Materiais dentários*. 10ª ed. Rio de Janeiro: Guanabara Koogan; 1998 Cap. 12, p. 166-177. p.256.

Arikawa H, Kanie T, Fujii K, Takahashi H, Ban S Effect of inhomogeneity of light from light curing units on the surface hardness of composite resin. *Dent Mater J.* 2008 Jan;27(1):21-8

Arsufi GS, Santos DM, Massunari L, Vechiato-Filho AJ, Dekon SFC, Moraes, IL, Martins RO. Efeito de diferentes soluções na dureza de resinas compostas laboratoriais. *Rev. Odontol.* 2012;41, n. Especial.

Atai M, Motevasselian F. Temperature rise and degree of photopolymerization conversion of nanocomposites and conventional dental composites. *Clin. Oral Invest.* 2009; 13:309–16.

Azevedo MR, Gomes GM, Bittencourt BF, Gomes OMM, Gomes JC. Dureza de resinas compostas submetidas a clareamento de consultório. *Rev Dent.* 2011; 10(21):30-34.

* Estilo Vancouver apresentado pelo Comitê de Editor de Revistas Médicas publicadas inicialmente 1979.

Baggio R, Gralha SR, Gomes JC, Gomes OMM. Influência das distâncias da ponta do fotopolimerizador nas propriedades da RC. Publ. UEPG Ci. Biol. Saúde 2008; 14(2):31-7.

Bassi ADBA. Avaliação do grau de conversão monomérica, parâmetros de cinética de polimerização e determinação de monômeros residuais em resinas experimentais. [Tese] Instituto de química de São Carlos da Universidade de São Paulo. 2012. P 115.

Berger SB, Palialol ARM, Cavalli V, Giannini M. Characterization of water sorption, solubility and filler particles of light-cured composite resins. Braz Dent J. 2009; 20: 314-8.

Beun S, Glorieux T, Devaux J, Vreven J, Leloup G. Characterization of nanofilled compared to universal and microfilled composites. Dent Mater. 2007 Jan;23(1):51-9.

Beun S, Bailly C, Devaux J, Leloup G. Physical, mechanical and rheological characterization of resin-based pit and fissure sealants compared to flowable resin composites. Dent Mater 2012;28:349-59.

Boing TF, Gomes MG, Grande, CZ, Reis A, Gomes JC, Gomes OMM. Avaliação do grau de conversão de uma RC utilizando diferentes tratamentos de superfície previamente à fotopolimerização final. Rev Dent. 2011;10(22):9-14.

Borges A, Chasqueira F, Portugal J. Grau de conversão de resinas compostas. Influência do método de fotopolimerização. Rev Port Estomatol Med Dent Cir Maxilofac. 2009; 50(4): 198-03.

Bowen RL. Properties of silica reinforced polymer for dental restorations. J Amer Dent Ass 1963; 66(1):57-4.

Boyer DB, Chalkley Y, Chan KC. Correlation between strength of bonding to enamel and mechanical properties of dental composites. *J Biomed Mater Res.* 1982;16(6):775-783.

Bandeira MFCL, Lopes PP, Gondin LCCR, Parente RCP, Souza LKF, Gaynett LF. Avaliação da dureza da resina composta frente à influência da cor em diferentes intensidades de luz halógena e led. *Rev Dent.* 2007; 7(15):53-61.

Brandt WC, Tomaselli LO, Correr-Sobrinho L, Sinhoreti MA. Can phenylpropanedione influence Knoop hardness, rate of polymerization and bond strength of resin composite restorations? *J Dent.* 2011;39(6):438-47.

Brambilla E, Gagliani M, Ionescu A, Fadini L, Garcia-Godoy F. The influence of light-curing time on the bacterial colonization of resin composite surfaces. *Dent Mater.* 2009;25(9):1067-72.

Cadenaro M, Marchesi G, Antonioli F, Davidson C, Dorigo E, Breschi L. Flowability of composites is no guarantee for contraction stress reduction. *Dent Mater* 2009; 25: 649-654.

Callister JRWD. *Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução.* 5ªed., Rio de Janeiro, LTC, 2002.

Calheiros FC, Braga RR, Kawano Y, Ballester RY. Relationship between contraction stress and degree of conversion in restorative composites. *Dent Mater.* 2004;20(10): 939-46.

Camargo EJ, Moreschi E, Baseggio W, Cury JA, Pascotto RC. Composite depth of cure using four polymerization techniques. *J Appl Oral Sci.* 2009; 17: 446-50.

Catelan A, Soares G, Martins L RM, Aguiar FHB. Longevidade clínica de restaurações classe II em RC: influência de materiais e técnicas. *Rev Odontol.* 2010; 31(1): 60-5.

Catelan A, Barreto BCF, Okida RC, Marchi GM, Lima DANL, Santos PH, Aguiar, F. Effect of the light-emitting-diode units on the depth of polymerization of a composite. *JRD.* 2013; 1(3): 240-45.

Caughman WF, Rueggeberg FA, Curtis JW Jr. Clinical guidelines for photocuring restorative resins. *J. Am. Dent. Assoc.* 1995;126(9):1280-86.

Ceballos L, Fuentes MV, Tafalla H, Martínez A, Flores J, Rodríguez J. Curing effectiveness of resin composites at different exposure times using LED and halogen units. *Med Oral Patol Oral Cir Bucal.* 2009; 14(1):E51-6.

Cefaly DFG, Ferrarezi GAO, Tapety CMC, Lauris JRP, Navarro MFL. Microhardness of resin-based materials polymerized with LED and halogen curing units. *Braz Dent J* 2005; 16(2):98-02.

Chen M-H. Update on dental nanocomposites. *J Dent Res* 2010;89:549–60.

Clifford SS, Roman-Alicea K, Tantbirojn D, Versluis A. Shrinkage and hardness of dental composites acquired with different curing light sources. *Quint Int.* 2009;40(3):203-14.

Conti C, Giorgini E, Landi L, Putignano A, Giorgio Tosi. Spectroscopic and mechanical properties of dental resin composites cured with different light sources. *J Mol Struct.* 2005; 744-7: 641-6.

Costa SXS, Rastelli ANS, Porto Neto ST, Andrade MF. Evolução dos aparelhos fotoativadores à base de diodos emissores de luz, LEDs. *Dental Science - Clínica e Pesquisa Integrada*, 2008; 2(8):309-19.

Costa SXS, Martins LM, Franscisoni PAS, Bagnato VS, Saad JRC, Rastellia ANS. Influence of different light sources and photoactivation methods on degree of conversion and polymerization shrinkage of a nanocomposite resin. *Laser Phys*. 2009; 19: 2210-18.

Costa DD. Influência da translucidez e do tipo de partículas da RC na dureza. [Monografia]. Florianópolis Universidade Federal de Santa Catarina. 2011. p 75.

Deb S, Sehmi H A comparative study of the properties of dental resin composites polymerized with plasma and halogen light. *Dent Mater*. 2003;19(6):517-22.

Estrela C. Metodologia científica – ensino e pesquisa em odontologia. São Paulo, Artes Médicas, 2001.

Felix CA, Price RB. The effect of distance from light source on light intensity from curing lights. *J Adhes Dent*. 2003;5(4):283-91.

Felix CA, Price RB, Andreou P. Effect of reduced exposure times on the microhardness of 10 resin composites cured by high-power LED and QTH curing lights. *J Can Dent Assoc* 2006;72:147.

Ferracane JL, Greener EH. Fourier Transform Infrared Analysis of Degree of Polymerization in Unfilled Resins—Methods Comparison. *J DENT RES*. 1984 63: 1093-95.

Ferracane JL, Greener EH. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. *J Biomed Mater Res.* 1986; 20:121-31.

Ferracane JL, Cooper PR, Smith AJ. Can interaction of materials with the dentin-pulp complex contribute to dentin regeneration? *Odontology.* 2010 Feb;98(1):2-14.

FERRACANE, J. L. Resin Composite- state of art. *Academy of Dental Materials.*27; p. 29-38; 2011.

Firoozmand M, Balducci L, Araújo MAM, Influência da Fotopolimerização e da Cor da RC na Dureza Pesq Bras Odontop Clín Int. 2009; 9(1): 37-42.

Francci C, Costa JA, Ribeiro, DC. Avaliação da dureza de compósitos utilizando diferentes cores e fontes de luz LED e halógena. *Scientific-A* 2007; 1(1) 38-44.

Franco EB, Lopes LG. Conceitos atuais na polimerização de 2. sistemas restauradores resinosos. *Biodonto.* 2003; 1(2):10-59.

Flury S, Peutzfeldt A, Luss A. Influence of increment thickness on microhardness and dentin bond strength of bulk fill resin composites. *Dent Mat.* 2014;20(10): 1104-12.

Fúcio SB, Carvalho FG, Sobrinho LC, Sinhoreti MA, Puppim-Rontani RM. The influence of 30-day-old *Streptococcus mutans* biofilm on the surface of esthetic restorative materials--an in vitro study. *J Dent.* 2008;36(10):833-9.

Freitas SAA, Costa JF, Bauer JRO. Avaliação da intensidade de luz dos aparelhos fotopolimerizadores utilizados em clínicas odontológicas de São Luís-MA. *Rev Pesq Saúde,* 2011; 12(2): 27-31.

Garcia A, Spim JÁ, Santos CA. Ensaios dos materiais. 2. Ed. Rio de Janeiro de Janeiro: LTC, 1999. p. 114.

Geurtsen W, Bakopoulou A, Leyhausen G, Volk J, Tsiftoglou A, Garefis P. Effects of HEMA and TEDGMA on their *in vitro* odontogenic differentiation potential of human pulpstem/ pulpstem/progenitor cells derived from deciduous teeth. *Dent Mater* 2011; 27:608–17.

Godoy EP. Avaliação da capacidade de polimerização e elevação de temperatura produzida por aparelhos fotopolimerizadores. [Dissertação] Ponta Grossa. 2008. 168f.

Gonçalves F, Kawano Y, Pfeifer C, Stansbury JW, Braga RR. Influence of BisGMA, TEGDMA, and BisEMA contents on viscosity, conversion, and flexural strength of experimental resins and composites. *Eur J Oral Sci.* 2009 Aug;117(4):442-6.

Ghosh SN. IR Spectroscopy. In Ramachandran VS, Beaudoin, JJ. Handbook of analytical techniques in concrete Science and technology. Principles, Techniques, and applications. Ottawa, Ontario, Canada: Noyes Publications/ William Andrew publishing, LLC Norwich, New York, USA, 2001.

Guarany CA. Estudo de materiais ferroelétricos por espectroscopia no infravermelho. [Dissertação]. Ilha Solteira. – Faculdade de Engenharia de Ilha Solteira, Universidade Estadual Paulista, Ilha Solteira, 2004.

Guiraldo RD, Consani S, Consani RFX, Berger SB, Mendes WB, Sinhoreti MAC, Correr-Sobrinho L. Comparison of Silorane and Methacrylate-Based Composite Resins on the Curing Light Transmission. *Braz Dent J.* 2010; 21(6): 538-42.

Haack MS. Análise de materiais por espectroscopia no infravermelho dentro do Sistema de gestão de qualidade conforme ABNT BBR ISO/IEC 17025. [Monografia]. Porto Alegre, Universidade Federal do Rio Grande do Sul. 2010. p.50.

Halvorson RH, Erickson RL, Davidson CL. The effect of filler and silane content on conversion of resin-based composite. *Dent Mat.* 2003;19(4):327-33.

Hannig M, Bott B. In vitro pulp chamber temperature rise during composite resin polymerization with various light – curing sources. *Dent Mat.* 1999; 15:275-81.

Hosseinalipour M, Javadpour J, Rezaie H, Dadras T, Hayati NA. Investigation of mechanical properties of experimental BisGMA/TEGDMA dental composite resins containing various mass fractions of silica nanoparticles. *J Prosthodont* 2010; 19(2):112– 17.

ISO. International Organization for Standardization. *Dentistry: Polymer based filling, restorative and luting materials.* 4049, 2000.

Karbhari VM, Strassler H, Effect of fiber architecture on flexural characteristics and fracture of fiber-reinforced dental composites. *Dent Mater.* 2007;23(8):960-8.

Khalichi P, Singh J, Cvitkovitch DG, Santerre JP. The influence of triethylene glycol derived from dental composite resin on the regulation of *Streptococcus mutans* gene expression. *Biomaterials* 2009;30:452–9.

Koupis NS, Martens LC, Verbeeck RM. Relative curing degree of polyacid-modified and conventional resin composites determined by surface Knoop hardness. *Dent Mater.* 2006;22(11):1045-50.

Kurachi C, Tuboy AM, Magalhães DV, Bagnato VS. Hardness evaluation of dental composite polymerized with experimental LED–based devices. *Dent Mat.* 2001; 17:309-15.

LaTorre G, Marigo L, Pascarella GA, Rumi G. Tecnologia light emitting diodes (LED) applicata alla fotopolimerizzazione delle resine composite. *Minerva Stomatol.* 2003;52(5):193-00.

Leite TM, Bohaienko LA, Mariely L, Pillati GL, Pereira SK. Influência de substâncias com pH ácido sobre a dureza de resinas compostas. *Stomatos*. 2010;16(30): 21-32.

Leprince JG, Palin WM, Hadis MA, Devaux J, Leloup G. Progress in dimethacrylate-based dental compositetechnology and curing efficiency. *Dent Mater* 2013; 29:139–56.

Lioret PR, Turbino ML, Kawano Y, Aguilera FS, Osorio R, Toledano M Flexural properties, microleakage, and degree of conversion of a resin polymerized with conventional light and argon laser. *Quintessence Int*. 2008; 39: 581-6.

Lopes LG, Jardim Filho Ada V, de Souza JB, Rabelo D, Franco EB, de Freitas GC. Influence of pulse-delay curing on sorption and solubility of a composite resin. *J Appl Oral Sci*. 2009;17(1):27-31. 29.

Machado CT, Seabra BGM, Santos AJS, Hippolito MP, Lanverly BCS. Novos Tipos de Fontes Fotopolimerizadoras Existentes no Mercado: Conceitos Atuais. *Odontol. Clin. -Cient*. 2007;(3):207-11.

Machado BS, Rodrigues JA, Arrais CAG, A IMPORTÂNCIA DA POLIMERIZAÇÃO DE RESINAS COMPOSTAS – GRAU DE CONVERSÃO. *Rev Saúde*. 2012;6 (1):7.

Marson FA, Mattos R, Sensi LG. Avaliação fotopolimerizadores. *Rev Dent [on line]*. 2010; 9(19):15-0. [acesso em 24 jun. 2014]. Disponível em: www.ufsm.br/dentisticaonline.

Melo Júnior PC, Cardoso RM, Magalhães BG, Guimarães, RP, Silva CHV, Beatrice LCSSelecionando corretamente as resinas compostas. *Int J Dent*. 2011;10(2):91-6.

Mehl, A, Hickel R, Kunzelmann KH. Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without 'softstart-polymerization. 1997;25(3-4):321–30.

Menezes MS, Vilela ALR, Silva FP, Reis GR, Borges M. Acabamento e polimento em RC: reprodução do natural. *Rev Odontol Bras Central*. 2014;23(66): 124-29.

Mobarak E, Elsayad I, Ibrahim M, Badrawy EI. Effect of light-curing on the relative hardness of tooth-colored restorative materials *Oper Dent*, 34 (2009), pp. 65–1.

Montenegro RV, Arrais GLR, França KP, Brasileiro CC, Cavalcanti AL, Carlo HL, Melo JBCA. Efeito da partícula de carga e do tempo de armazenamento sobre a dureza de superfície de compósitos restauradores estéticos. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr*. 2010; 10(3):345-50.

Moraes LP. Efeito da espessura da resina indireta na dureza de uma RC pré-aquecida. [Trabalho de Conclusão de Curso]. Florianópolis: Curso de Graduação em Odontologia da Universidade Federal de Santa Catarina, 2014.

Mousavinasab SM, Meyers I. Comparison of Depth of Cure, Hardness and Heat Generation of LED and High Intensity QTH Light Sources. *Eur J Dent*. 2011;5(3):299-304.

Nigel J, Pharr G, McHargue C. Instrumented Nanoindentation. *Philosophical Magazine*. 2006;86(33-35): 5153-54.

Nomoto R, McCabe JF, Nitta K, Hirano S, Relative efficiency of radiation sources for photopolymerization. *Odontology*. 2009; 97(2):109-14.

Nunes MCP. Avaliação da dureza e desgaste por escovação simulada de uma resina composta, em função de diferentes fontes de luz e energias de ativação. [Tese]. Faculdade de Odontologia de Bauru - SP, 2006. 177p.

Ogunyinka A, Palin WM, Shortall AC, Marquis PM. Photoinitiation chemistry affects light transmission and degree of conversion of curing experimental dental resin composites. *Dent Mater*. 2007; 23(7):807–813.

Ogliari FA, Ely C, Zanchi CH, Fortes CB, Samuel SM, Demarco FF, Petzhold CL, PIVA E. Influence of chain extender length of aromatic dimethacrylates on polymer network development. *Dental Mater.* 2008;24:165-71.

Oliveira S, Marques VF, Casselli DSM. Avaliação da dureza e da rugosidade de compósitos resinosos de uso direto e indireto Assessing microhardness and roughness of composite resins of direct and indirect use RFO. 2015; 20(1): 28-33.

Pereira SK, Porto ALC, Mendes DJA. Avaliação da dureza superficial de uma resina composta híbrida em função de cor, tempo de exposição, intensidade de luz e profundidade do material. *J Bras Clin Est Odontol.* 2000;4:63-67.

Pereira SK, Porto ALC, Mendes DJA. Efeitos de diferentes sistemas de fotopolimerização na dureza superficial da RC. *J Bras Clin Est Odontol.* 2001;5:156-61.

Pereira SK, Pascotto RC, Carneiro FP. Avaliação dos aparelhos fotopolimerizadores utilizados em clínicas odontológicas. *J. Bras. Dent. Estet.*, 2003. 2(5):29-35.

Pereira SK, Porto CLA, Mandarino F, Rodrigues ALJ. Efeito da luz halógena e LEDs na dureza de resinas compostas. *RGO*, 2004; 52(1):7-12.

Pequeno JHP, Araújo GS, Neri, JR, Bomfim AGM, mendonça JS, santiago SL. Efeito dos Protocolos de Fotoativação na Dureza de uma Resina Composta Nanoparticulada. *Rev Odontol Bras Central* 2012;21(56).

Pilo R, Cardash SH. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composites. *Dent Mater.* 1992;8(5):299-04.

Price RB, Felix CA, Andreou P. Evaluation of a dual peak third generation LED curing light. *Compend Contin Educ Dent.* 2005 May;26(5):331-2, 334, 336-8.

Price RB, Felix CA, Andreou P. Third-generation vs a second-generation LED curing light: effect on Knoop microhardness. *Compend Contin Educ Dent*. 2006 Sep;27(9):490-6; quiz 497, 518.

Price RB, McLeod ME, Felix CA. Quantifying light energy delivered to a Class I restoration. *J Can Dent Assoc*. 2010;76:a23:1-8.

Peutzfeldt A, Asmussen E. Resin composite properties and energy density of light cure. *J Dent Res*. 2005;84(7):659-62.

Quiles HR, Bertolo MVL, Feitosa VP, Correr-Sobrinho L, Sinhorette MAC. Avaliação de propriedades mecânicas de compósitos resinosos comerciais. *Rev Odontol*. 2015; 36(1): 48-4.

Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Degree of conversion and temperature increase of a composite resin light cured with an argon laser and blue LED. *Laser Phys*. 2008a; 18: 1570-5.

Rastelli ANS, Jacomassi DP, Bagnato VS. Effect of power densities and irradiation times on the degree of conversion and temperature increase of a microhybrid dental composite resin. *Laser Phys*. 2008b.

Ribeiro BCI. Estudo da dureza e do grau de conversão de resinas compostas. Efeito de fonte de luz e material [Tese de Doutorado]. Araraquara: Faculdade de Odontologia de Araraquara da Universidade Estadual Paulista Araraquara: [s.n.], 2010. 223 f.

Ribeiro BCI, Boaventura JMC, Gaião U, SAAD JRC, Candido MSM. Efeito de fontes de luz na dureza de resinas compostas. *RGO*. 2011;.59(2):229-36.

Randolph LD, William MP, Bebelman S, Devauxb, J, Galleza B, Leloupa G, Leprince JG. Ultra-fast light-curing resin composite with increased conversion and reduced monomer elution. *Dent Matter*; 2014; 30:594–04.

Rencz A, Hickel R, Ilie N. Curing efficiency of modern LED units. *Clin Oral Investig*. 2012; 16: 173-9.

Rodrigues JR SA. Avaliação da influência de diferentes sistemas e técnicas de polimerização sobre a microinfiltração e a dureza de uma RC. Pelotas, 2003 [Dissertação]. Pelotas. Universidade Federal de Pelotas. 2003.

Rodrigues TP, Rastelli ANS, Andrade MF, Saad JRC. Effect of different dental composite resins on the polymerization process. *Laser Physics*, 2009;19(12): 2224-29.

Rowe, Philip. *Essential statistics for the pharmaceutical sciences*. Chichester, England: John Wiley & Sons Ltda, 2007.

Rueggeberg FA; Craig, RG. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. *J Dent Res*. 1988; 67(6): 932-37.

Rueggeberg FA, Caughman WF, Curtis JW Jr. Factors affecting cure at depths within light-activated resin composites. *Am J Dent*. 1993; 6(2):91-5.

Ruttermann S, Tomruk S, Raab WH, Janda R. Effect of Energy Density on the Physical Properties of Resin-Based Restorative Materials when Polymerized with Quartz-Tungsten Halogen or LED-Light. *Eur J Dent* 2010;4:183-191.

Sabbagh J, Ryelandt L, Bachérius L, Biebuyck JJ, Vreven J, Lambrechts P, Leloup G. Characterization of the inorganic fraction of resin composites. *J Oral Rehabil*. 2004 Nov;31(11):1090-101.

Sakaguchi RL, Berge HX. Reduced light energy density decreases post-gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. *J Dent.* 1998 ;26(8):695-00.

Santana, DP. Avaliação da dureza em resinas compostas fotopolimerizadas com sistemas de luz halógena e diodo emissor de Luz. *Odontol. Clín.-Cient.* 2010; 9(3): 239-42.

Santini A, Meletic V, Swift MD, Bradley M. Degree of conversion and microhardness of TPO-containing resin-based composites cured by polywave and nonwave LED units. *J Dent* 2012; 40(7):577-84.

Santos GB, Medeiros IS, Fellows CE, Muench A, Braga RR. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-Raman spectroscopy. *Oper Dent* 2007; 32(1):79-83.

Satsukawa H, Koizumi H, Tanoue N, Nemoto M, Ogino T, Matsumura H. Properties of an indirect composite material polymerized with two different laboratory polymerizing systems. *Dent. Mater. J.* 2005;24:377–381.

Sigusch BW, Pflauma T, Völpela A, Gretscha K, Hoya S, Watts DC, Jandt KD. Resin-composite cytotoxicity varies with shade and irradiance. *Dent Mater.* 2012; 28:312–19.

Silikas, N, Eliades G, Watts DC. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. *Dental Materials*, Kidlington, 2000; 16(4):.292-296.

Silva EM, Almeida GS, Poskus LT, Guimarães JG. Relationship between the degree of conversion, solubility and salivary sorption of a hybrid and a nanofilled resin composite. *J Appl Oral Sci.* 2008;16(2):161-6.

- Silveira RR, Castro JCO, Pompeu JGF, Brandim AS, Araújo AAVL, Barros GA. Análise comparativa da dureza superficial e profunda entre uma resina microhíbrida e uma RC de nanopartículas. *Pesq Bras Odontoped Clin Integr* 2012;12(4):529-34.
- Silverstein, R. M.; Webster, F. X. Identificação espectrométrica de compostos orgânicos. 6ª ed. Rio de Janeiro: LTC, 2006.
- Silvia P, Capenakas G, Hanashiro FS, Soprano V, Turbino LM. Grau de polimerização de LED e luz halógena. *Rev Inst Ciênc Saúde* 2008;26(1):95-9.
- Soh MS, Yap AU. Influence of curing modes on crosslink density in polymer structures. *J Dent*. 2004;32(4):321-6.
- Souza ROA, Lombardo GHL, Pereira PC, Pavanelli CA. Avaliação da dureza Vickers de resinas compostas de uso direto e indireto. *Cienc Odontol Bras* 2009; 12 (1): 23-30.
- Schneider AC, Mendonça MJ, Rodrigues RB, Busato PMR, Camilotti V. Influência de três modos de fotopolimerização sobre a dureza de três resinas compostas. *Polímeros [on-line]*. Ahead of print, pp. 0-0. Epub 19-Jan-2016. Acessado em 02/02/2016. Disponível em <http://dx.doi.org/10.1590/0104-1428.1855>.
- St-Georges AJ, Swift EJ, Thompson JY, Heymann HO. Irradiance effects on the mechanical properties of universal hybrid and flowable hybrid resin composites. *Dent Mater*. 2003 Jul;19(5):406-13.
- Stewardson DA, Shortall ACC, Harrington E, Lumley PJ. Thermal changes and cure depths associated with a high intensity light activation unit. *J Dent*. 2004;32:643-651.

Stansbury JW, Trijullo-Lemon M, Lu H, Ding X, Lin Y, GE, J. Conversion-depedent shrinkage stress and strain in dental resins and composite. *Dent Mater* 2005;21(1):56-67.

Tanaka K, Taira M, Shintani H, Wakasa K, Yamaki M. Residual monomers (TEGDMA and Bis-GMA) of a set visible-light-cured dental composite resin when immersed in water. *J Oral Rehab.*1991;18:353–62.

Tango RN, Komori PCP, Brandt WC, Correr-Sobrinho L, Sinhorette MAC, Kimpara ET. Influência de materiais restauradores indiretos no espectro de luz emitido por diferentes fotoativadores. *UNOPAR Científica, Ciências Biológicas da . Saúde.* 2009;11(2):11-4 UNOPAR Cient., Ciênc. Biol. Saúde. 2009;11(2):11-4.

Uhl A, Mills RW, Rzanny AE, Jandt KD. Time dependence of composite shrinkage using halogen and LED light curing. *Dent Mater.* 2005;21(3):278-86.

Yazici AR, Kugel G, Gul G. The Knoop hardness of a composite resin polymerized with different curing lights and different modes. *J Contemp Dent Pract* 2007;8:52-59.

Zach L, Cohen G. Pulp response to externally applied heat. *Oral Surg Oral Med Oral Path.* 1965;19:515-29.

Zaia WLS, Figueiredo JLG, Sousa LC, Satake A.A influência do tempo de fotopolimerização na dureza de duas resinas compostas. *Rev Dental Press de Estet.* 2013; 10(4): p 40-9.

Wahbi MA, Aalam FA, Fatiny FI, Radwan SA, Eshan IY, Al-Samadani KH. Characterization of heat emission of light-curing units. *The Saudi Dent J.* 2012; 24(2): 91–8.

Wang L, Dálpino PHP, Lopes LG, Pereira JC. Mechanical properties of dental restorative materials: Relative contribution of laboratory tests. *J. Appl. Oral. Sci.* 2003; 11(3): 162-67.

Ward DH, Esthetic restoration of tooth structure using a Nanofill composite system, *Compendium* 2005; 4(26):252-57.

Watts DC, Alnazzawi A. Temperature-dependent polymerization shrinkage stress kinetics of resin-composites. *Dent Mater.* 2014 Jun;30(6):654-60.

Wendl B, Droschl H, Kern W. A comparative study of polymerization lamps to determine the degree of cure of composites using infrared spectroscopy. *Eur J Orthod.* 2004; 26(5): 545-51.

3M ESPE. Filtek™ Z350 XT resina composta universal: perfil técnico do produto Filtek™. 3M do Brasil 2010.