UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
FACULDADE DE ODONTOLOGIA

FLAVIANE RENÓ GONZAGA SILVA

**Efeito da fonte de luz e enxaguatórios bucais na
microdureza longitudinal de resinas compostas diretas.**

Análise complementar por espectroscopia Ramam

Ribeirão Preto
2009

FLAVIANE RENÓ GONZAGA SILVA

Efeito da fonte de luz e enxaguatórios bucais na microdureza longitudinal de resinas compostas diretas. Análise complementar por espectroscopia Ramam

Tese apresentada à Faculdade de Odontologia da Universidade de São Paulo, para obtenção do título de Doutor em Odontologia
Área de Concentração: Reabilitação Oral

Orientadora: Prof^a. Dr^a. Alma Blásida Concepción Elisaur Benitez Catirse
Coorientadora: Prof^a. Dr^a. Rogéria Rocha Gonçalves

Ribeirão Preto
2009

Autorizo a reprodução e divulgação total ou parcial deste trabalho, por qualquer meio convencional ou eletrônico, para fins de estudo e pesquisa, desde que citada a fonte.

FICHA CATALOGRÁFICA

Silva, Flaviane Renó Gonzaga

Efeito da fonte de luz e enxaguatórios bucais na microdureza longitudinal de resinas compostas diretas. Análise complementar por espectroscopia Ramam / Flaviane Renó Gonzaga Silva; orientadora: Alma Blásida Concepción Elisaur Benitez Catirse; coorientadora: Rogéria Rocha Gonçalves – Ribeirão Preto, 2009

X 172f. : il.

Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo, 2009

1. Resina composta. 2. Grau de conversão. 3. Microdureza. 4. Fonte de luz. 5. Espectroscopia. 6. Enxaguatório. 7. Profundiade.

Silva, F.R.G. Efeito da fonte de luz e enxaguatórios bucais na microdureza longitudinal de resinas compostas diretas. Análise complementar por espectroscopia Ramam Tese apresentada à Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo para a obtenção do título de Doutor em Reabilitação Oral.

Aprovado em:

Banca Examinadora

1) Prof.(a.)Dr.(a.) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

2) Prof.(a.)Dr.(a.) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

3) Prof.(a.)Dr.(a.) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

4) Prof.(a.)Dr.(a.) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

5) Prof.(a.)Dr.(a.) _____

Instituição: _____

Julgamento: _____ Assinatura: _____

DEDICATÓRIA

À **Deus**,

Por proporcionar perseverança e força suficientes para superar todas as dificuldades que pudessem me fazer desistir. Permitiu que eu completasse mais esta etapa de minha caminhada. Amém.

Aos meus pais, **Lairton e Ana**,

Razão da minha existência, a eles devo tudo o que sou hoje. Agradeço ao apoio e carinho em todos os momentos, amor incondicional, exemplos de carácter e honestidade, fontes de inspiração e respeito pelo próximo.

Aos meus irmãos, **Lucas e Rodrigo**,

Pela amizade, amor e carinho que existe entre nós. Presentes em minha vida em todos os momentos, estando perto ou longe, sempre me incentivaram.

Ao meu marido, **Ronald**,

Obrigada pela compreensão, ajuda e, principalmente, pelo amor e paciência, por me apoiar e não me deixar desanimar.

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

À minha querida Orientadora, **Prof. Dr. Alma Blásida Concepción Elisaur Benitez Catirse**, pela carinhosa amizade, dedicação de horas dispensadas. Por acreditar na minha capacidade de desenvolver este trabalho e pelo apoio. Enfim, obrigada pela ajuda, paciência, compreensão e sensibilidade.

À minha Coorientadora, **Prof. Dr. Rogéria Rocha Gonçalves**, pela acolhida e por toda ajuda fornecida. Obrigada pelo apoio, pela paciência em ensinar tudo que fosse necessário para o cumprimento deste trabalho, orientando-me na fase experimental e na parte química deste trabalho.

AGRADECIMENTOS

À **FACULDADE DE ODONTOLOGIA DA UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO**, pela oportunidade de realização do curso de Graduação e Pós-graduação.

Ao **Departamento de Materiais Dentários e Prótese**, pela ajuda oferecida na realização deste trabalho.

À **CAPES**, pelo apoio financeiro proporcionado, indispensável à concretização deste trabalho.

Ao **Prof. Dr. Carlos Graeff**, da Universidade de Estado de São Paulo, Bauru, por me mostrar o caminho para a realização dos testes necessários a esta tese.

Ao **Prof. Dr. Américo Tabata**, por disponibilizar o equipamento necessário à realização das análises Raman realizadas no laboratório de Física Óptica da UNESP/ Bauru, além da disposição e do tempo dispensado à realização deste trabalho

À querida **Prof^a. Dr^a. Valéria Pagnano de Oliveira**, pela amizade, pelo apoio e incentivo durante toda minha pós-graduação e por quem eu tenho respeito e admiração.

À sempre amiga **Prof^a. Dr^a. Marisa Semprini**, agradeço-lhe pelo apoio, carinho e pela amizade.

À **Prof^a. Dr^a. Maria da Glória Chiarello de Mattos**, por permitir o uso de seus equipamentos.

À **Prof^a. Dr^a. Regina Maura Fernandes**, pelo seu exemplo de dedicação à profissão e pela amizade.

À **Prof^a. Dr^a. Andréa Reis**, pelo apoio na correção desta tese.

Aos Meus Queridos **Professores**, pela dedicação em seus ensinamentos que me levaram a ser o que sou hoje.

Ao técnico de Laboratório do Departamento de Química Orgânica da Faculdade de Filosofia e Letras de Ribeirão Preto-USP, **Djalma**, pelo apoio e pela ajuda no teste de FTIR.

Aos técnicos de Laboratório do Departamento de Materiais Dentários e Prótese da Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto-USP, **Francisco Lourenço Ferreira Roselino e Ana Paula Macedo**, pela valiosa colaboração nas atividades de pesquisa.

À **Ana Cristina Morseli Polizello**, técnica do laboratório de bioquímica da Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto - USP, pela colaboração nos teste químicos.

Ao **Silvio Gonçalves Neto**, representante da empresa Dabi Atlante, pelo empréstimo de seus equipamentos.

Aos alunos de Pós-graduação **Jefferson L. Ferrari e Ádamo V. R. Remonte** pela ajuda indisponível a realização deste trabalho.

Às secretárias de Pós-graduação, **Isabel Sola e Regiane C. Moi Sacilotto**, pela amizade e pelo carinhoso atendimento de sempre.

À queridíssima secretária de pós-graduação do Departamento de Materiais Dentários e Prótese, **Regiane Tirado**, pela amizade e ajuda de sempre e pelos desabafos nas horas difíceis.

À família Catirse, **Marcos, Chiquita e Marquinho**, pelo carinho e por me acolherem sempre que foi necessário.

À minha segunda família: **Marisa, Ronald, Kamila, Renata e Raquel** pelo apoio de sempre. Carinho, amor e amizade!

Aos meus colegas de pós-graduação que, mesmo longe, estão sempre presentes em minha vida: **Virgílio Roris, Hilmo Falcão e Daniela Freitas.**

Às minhas queridas companheiras de república, **Camila Tirapelli e Janisse Martinelli**; vocês foram de suma importância na minha jornada, adoro vocês!

Às minhas amigas queridíssimas, **Marcela Meirelhes Ulhoa (*in memoriam*) e Maíra Silva Silvestre**, pelo carinho e amizade independentemente da distância. Vocês sempre estarão comigo seja o que for e esteja onde estiver.

À queridíssima **Ana Paula T. Godoi**, pelo empréstimo de sua material imprescindível a realização deste material.

À **Keiko Sano Trauth** pela amizade, apoio e ajuda na conclusão deste trabalho.

Ao Prof. **Darvino Concer** pelo carinho e pela ajuda na supervisão da correção desta tese.

Aos **Membros da Banca** por terem aceitado fazer parte desta fase importante da minha vida.

Silva, F.R.G. Efeito da fonte de luz e enxaguatórios bucais na microdureza longitudinal de resinas compostas diretas. Análise complementar por espectroscopia Raman. 2009. 172f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

RESUMO

Neste estudo foi realizada avaliação longitudinal da microdureza Vickers e análise complementar do grau de conversão, de resinas compostas diretas, pelo método de espectroscopia Raman. As resinas compostas estudadas (M1: Charisma, M2: Z100 e M3: Filtek Supreme) foram fotopolimerizadas por diferentes fontes de luz (F1: Diodo emissor de F2: Luz e Halógena) e submetidos à ação de diferentes enxaguatórios bucais (S1: Saliva artificial, S2: Listerine e S3: Cepacol) e analisadas nas diferentes profundidades (P1= 2mm, P2= 4mm e P3= 6mm). Para análise de microdureza Vickers - VHN (kg/cm^3) foram confeccionados 07 corpos-de-prova (cp) para cada condição experimental (total = 180) por meio de matrizes em teflon, constituídas de dois dispositivos, o primeiro contendo uma cavidade de 02X04X06mm de base arredondada e um segundo dispositivo de superfície lisa que foi contraposto ao primeiro, as leituras foram realizadas 24 horas após a confecção dos cp por meio do microdurômetro Shimadzu HMV-200. A análise espectroscópica foi realizada por espectroscopia Raman (espalhamento Raman) (GC), para tal foram selecionadas aleatoriamente 06 amostras de cada resina estudada, das condições experimentais propostas (dentre as utilizadas para o teste de microdureza) e obtidos 06 cp para cada profundidade (total=18 para cada resina), conforme metodologia preconizada pelo Laboratório do Departamento de Química da FFCLRP-USP. Os valores obtidos foram submetidos à análise de variância (ANOVA) e, para as comparações individuais, foi realizado o teste de Tukey ($p<0,05$). Os resultados permitiram observar que para o fator Profundidade os valores de VHN e GC foram maiores para P1 e menores para P3 nas resinas R1 e R3; para o fator Fonte F2 determinou maiores valores de VHN para R1 e R2 e maiores valores de GC para todas as resinas analisadas; para o fator Solução S3 determinou maiores valores de VHN para todas as resinas, no entanto, não houve diferença no GC entre as Soluções; entre as resinas $R2>R3>R1$ para VHN e para DC $R3>R1>R2$. Logo, todos os fatores analisados influenciaram a microdureza e o grau de conversão das resinas.

Palavras-chave: Resina composta. Microdureza. Grau de conversão. Espectroscopia. Enxaguatório. Fonte de luz. Profundidade.

Silva, F.R.G. Effect of the light curing units and mouthrise in the longitudinal microhardness of direct composite resins. Backing analysis for Ramam spectroscopy. 2009. 172f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

ABSTRACT

In this study was made longitudinal evaluation of the microhardness Vickers and backing analysis of the conversion degree was accomplished, of direct composite resins, by the method of Raman spectroscopy. The composite resins studied (M1: Charisma, M2: Z100 and M3: Filtek Supreme) was photopolymerized by different sources of light (F1: light emitting diode and F2:quartz-tungsten-halogenous) and submitted to the action of different mouthrise (S1: Artificial saliva, S2: Listerine and S3: Cepacol) and analysed in the different depths (P1= 2mm, P2= 4mm e P3= 6mm). For analysis of microhardness Vickers - VHN (kg/cm^3) were confectioned 07 samples for each experimental condition (total = 180) by means of matrix in teflon, constituted of two devices, first containing a socket of 02X04X06mm of rounded base and a second dispositive of smooth surface that was opposed to first, the readings were accomplished 24 hours after the confection of sample by means of the equipmente Shimadzu HMV-200. The spectroscopic analysis was accomplished by Raman spectroscopy (Raman scattering) (DC), for such 06 samples of each studied resin were selected randomly, of the experimental conditions proposals (amongst the used ones for the microhardness test) e obtained 06 samples for each depth (total=18 for each resin), as methodology praised for the Laboratory of the Department of Chemistry of the FFCLRP-USP. The obtained values were submitted to the analysis of variance (ANOVA) and, for the individual matchings, were accomplished the test of Tukey ($p<0,05$). The results had allowed to observe that for the factor Depth the values of VHN and DC were bigger for P1 and lesser for P3 in the resins R1 and R3; for the factor F2 Source it determined greater values of VHN for R1 and R2 and greater values of DC for all the analysed resins; for the factor S3 Solution it determined greater values of VHN for all the resins, however, it did not have difference in the DC between the Solutions; between resins $R2>R3>R1$ for VHN and for DC $R3>R1>R2$. Soon, all the analysed factors had influenced the microhardness and the degree of conversion of resins.

Keywords: Composite resin. Microhardness. Degree of conversion. Spectroscopy. Mouthrise. Light curing units. Depth of cure.

LISTA DE ABREVIATURAS E SIGLAS

μm	Micrômetros
ATR	Espectroscopia de infravermelho com reflectância total atenuada
Bis-EMA	Bisfenol glicidil metacrilato etoxilado
Bis-GMA	Bisfenol glicidil metacrilato
DC	Degree conversion (grau de conversão)
DMA	Análise mecânica dinâmica
dp	Desvio padrão
DSC	Calorimetria diferencial por varredura
E	Energia
EPMA	Microanálise de investigação eletrônica
e_v	Energia em eletrovolt
F1	Fotopolimerizador de diodo emissor de luz (LED)
F2	Fotopolimerizador de luz halógena (QTH)
FTIR	Fourier Transformed Infrared (Infravermelho com transformada de Fourier)
FT-Raman	Fourier Transformed Raman (Raman com transformada de Fourier)
GC	Grau de conversão
h	Horas
h_v	Fóton incidente
l	Caminho ótico
IR	Infrared (infravermelho)
ISO	International Organization for Standardiation
J/cm^2	Joules por centímetro quadrado (densidade de energia)
kJ/mol	Kilojoules por mol
LED	Light Emitted Diode (Diodo emissor de luz)
M1	Resina Charisma
M2	Resina Z100
M3	Resina Filtek Supreme
mA	Miliampére
mid-IR	Espectroscopia de infravermelho médio
ml	Mililitros
mm	Milímetros
mW	Miliwatt
mW/cm^2	Miliwatt por centímetro quadrado (intensidade de luz)
N	Newton
NIR	Espectroscopia de infravermelho próximo
nm	Nanômetro (unidade de comprimento de onda)
$^{\circ}\text{C}$	Graus celsius
P1	Profundidade de 0-2mm
P2	Profundidade de 2-4mm
P3	Profundidade de 4-6mm
PAC	Arco de Plasma
QTH	Quartzo-tungstênio-halogênio (luz halógena)
R	Número de repetições

s	Segundos
S1	Saliva artificial
S2	Solução Listerine
S3	Solução Cepacol
T	Transmitância
T ₁	Estado eletrônico excitado triplete
T _g	Temperatura de transição vítrea
UDMA	Uretano dimetacrilato
VHN	Dureza vikers
W	Watt
XPS	Espectroscopia fotoeletrônica de Raio-X

SUMÁRIO

	Página
1 INTRODUÇÃO	16
2 REVISÃO DA LITERATURA	22
3 PROPOSIÇÃO	68
4 MATERIAIS E MÉTODOS	70
4.1 Planejamento Experimental	72
4.2 Planejamento Estatístico	73
4.3 Confeção de corpos-de-prova	74
4.4 Armazenamento de corpos-de-prova	76
4.5 Análise de microdureza	77
4.6 Espectroscopia de Espalhamento Micro Raman	78
4.6.1 Cálculo do Grau de Conversão	80
5 RESULTADOS	82
5.1 Microdureza	83
5.2 Espectroscopia	112
6 DISCUSSÃO	132
7 CONCLUSÃO	147
REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS	149
APÊNDICE	166

1 INTRODUÇÃO

A resina composta se constitui em um dos materiais restauradores mais estudados dos últimos tempos devido a sua importância na odontologia. A sua constante evolução é resultado de várias pesquisas referentes ao grau de conversão, às suas propriedades físico-mecânicas e desempenho clínico (CALHEIROS et al., 2008; SANTOS et al., 2007, ARAUJO et al., 2008).

O grau de conversão é um fator determinante nas diferentes propriedades das resinas compostas, que segundo alguns autores (TORNO et al., 2008; CALHEIROS et al., 2008; VANDERWALLE, ROBERTS E RUEGGEBERGER, 2008), altera significativamente a microdureza, e é influenciada por diversos fatores, tanto intrínsecos como extrínsecos ao compósito.

A microdureza é uma propriedade muito importante para comparar os materiais restauradores de acordo com a resistência à deformação plástica, que é um indicativo da resistência ao uso, que está relacionada à lisura superficial obtida pelo polimento e, com a capacidade de resistir ao desgaste e degradação superficial. E o ensaio de microdureza é um dos métodos mecânicos mais utilizados para a verificação do grau de polimerização das resinas compostas (RYGE, FOLEY, FAIRHURST, 1961; FERRACANE, 1985; KANCA, 1985; ELIADES, VOUGIOUKLASKIS, CAPUTO, 1987; WATTS, AMER, COMBE, 1987; RUEGGEBERGER; CRAIG, 1988; ATMADJA; BRYANT, 1990; CHUNG, GREENER, 1990; PILO, CARDASH, 1992; PIRES et al., 1993; MANGA, CHARLTON, WAKEFIELD, 1995; MEHL; HICKEL; KUNZELMANN, 1997; MASUDA, MALUF e MUECH, 1999; CORRER-SOBRINHO et al., 2000; SILIKAS; ELIADES; WATTS, 2000; KURACHI et al., 2001; LEONARD et al., 2001; OKADA et al., 2001; CONSANI et al., 2002; MARTIS et al., 2002; NEVES ET AL., 2002; SAY et al., 2003; ERSOY et al., 2004; KNOBLOCH et al., 2004; PRINCE, FELIX, ANDREOU, 2004; RAMP L.C.;

BROOME; RAMP M.H., 2006; VENTURINI et al., 2006; CALHEIROS et al., 2008; ARAUJO et al., 2008; TORNIO et al., 2008; VANDERWALLE, ROBERTS e RUEGGEBERG, 2008).

Já o grau de conversão das resinas compostas é uma medida que permite caracterizar quantitativamente a transformação dos monômeros em polímero e pode ser analisado por meio de diferentes metodologias, tais como: calorimetria diferencial por varredura (DSC) (HAYAKAWA *et al.*, 1999; NOMURA et al., 2002) e espectroscopia vibracional (FERRACANE; GREENER, 1984; FERRACANE, 1985; ELIADES, VOUGIOUKLASKIS; CAPUTO, 1987; DeWALL; FERRACANE, 1987; RUYTER; OSAYED, 1987; WATTS; AMER; COMBE, 1987; RUEGGEBERG; CRAIG, 1988; CHUNG; GREENER, 1990; PEUTZFELDT, 1997; TSUDA; ARENDS, 1997; PIANELLI et al., 1999; HALVORSON; ERICKSON; DAVIDSON, 2002; NEVES et al., 2002; KNOBLOCH et al., 2004; SOH et al., 2004; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2005; RAMP L.C.; BROOME; RAMP M.H., 2006; HASLER et al., 2006; CALHEIROS et al., 2008), entre as quais estão: a espectroscopia FTIR (Fourier Transformed Infrared) de infravermelho, que fornece de maneira direta a quantidade dos grupos metacrilatos não reagidos na resina (RUYTER & OYSAED 1987; FERRACANE & GREENER 1984 e 1986; ELIADES; VOUGIOUKLASKIS; CAPUTO, 1987; RUEGGEBERG; CAUGHMAN; CURTIS Jr., 1994; SILIKAS; ELIADE; WATTS, 2000; STANSBURY, 2001) e a espectroscopia Raman, que também tem sido utilizada com sucesso na análise da conversão dos diversos compômeros (PIANELLI et al., 1999).

Assim, com o intuito de melhorar as propriedades deste material têm ocorrido algumas alterações na composição (MELLO et al., 2007; FERRACANE *et al.*, 1998; CONDON & FERRACANE 1998; PEUTZFELDT 1997; RUYTER & OYSAED 1987). Porém, até alguns anos atrás, (WEINMANN; THALACKER;

GUGGENBERGER, 2005) poucas alterações haviam sido feitas à matriz resinosa introduzida por Bowen (BisGMA, Bisfenol glicidil dimetacrilato) (BOWEN, 1956, 1962 e 1963). A base orgânica da maioria das resinas odontológicas comercializadas são constituídas pelo oligômero BisGMA, em combinação com outros di-metacrilatos tais como: o Trietileno glicol dimetacrilato (TEGDMA), o Uretano dimetacrilato (UDMA) e o Bisfenol glicidil dimetacrilato etoxilado (BisEMA), (SIDERIDOU *et al.*, 2002), logo, as misturas resinosas feitas a partir desses di-metacrilatos, utilizam diferentes percentuais dos mesmos para permitir a incorporação de quantidades variadas de carga vítrea e também conferir características diferenciadas à estrutura polimérica final, conseqüentemente, proporcionando melhoras em suas propriedades (flexibilidade, rigidez, grau de conversão, contração de polimerização e sorção de água) (ASMUSSEN & PEUTZFELDT 1998; FERRACANE, 1998; SIDERIDOU *et al.*, 2002).

Concomitantemente a estas mudanças na composição química das resinas houve a evolução tecnológica das unidades fotopolimerizadoras o que possibilita a escolha de fontes de luz com espectros, intensidades e modos de emissão variados proporcionando uma polimerização efetiva de acordo com o espectro de absorção de cada resina utilizada (NEUMANN *et al.*, 2005; NEUMANN *et al.*, 2006). Em busca da otimização do tempo clínico do profissional e permitir um alto grau de conversão em profundidade, tem sido produzida unidades fotopolimerizadoras de alta intensidade luminosa (RAMP *et al.*, 2006; RODE, KAWANO e TURBINO, 2007; SANTOS *et al.*, 2007). Dentre as várias unidades, além de fontes de luz halógena, surgiram as fontes do tipo LED (diodo emissor de luz) (RUEGGERBERG, 1999; NICHOLLS, 2001; RUEGGERBERG & HACKMAN, 2003; KANCA, 2003), as quais possuem

características específicas tal como comprimento de onda, temperatura de polimerização e densidade de potência (KURACHI et al., 2001; MILLS *et al.*, 2002).

O grau de polimerização da resina, principalmente, das camadas mais profundas pode ser influenciada pela distância entre a fonte de luz e o compósito, pois interfere diretamente na intensidade de luz recebida pela mesma. (FERRACANE et al., 1986; PIRES et al., 1993). Clinicamente, a polimerização insuficiente dessas camadas pode levar à lixiviação de monômeros potencialmente irritantes às mucosas e à polpa dental, microinfiltrações marginais, sensibilidade pós-operatória e redução das propriedades mecânicas do compósito (ATMADJA; BRYANT, 1990).

Estudos avaliam a influência da composição da resina, do tipo de fonte de luz e da profundidade de polimerização na microdureza e no grau de conversão das resinas compostas (TORNO et al., 2008; CALHEIROS et al., 2008; VANDERWALLE, ROBERTS E RUEGGERBERGE, 2008). No entanto, poucos são os trabalhos desenvolvidos para avaliar a influência que os enxaguatórios bucais possam ter nas propriedades mecânicas e químicas desses materiais (GÜRGAN; ÖNEM; KÖPRÜLÜ, 1997; GURDAL; GUNIZ; HAKAN, 2002; CAVALCANTE et al., 2005), embora haja preocupação com os seus efeitos nas propriedades físicas das resinas, tais como a alteração de cor, manchamento e translucidez. (LEE et al., 2000).

É necessário considerar que existem diversos tipos de enxaguatórios bucais disponíveis no mercado com diferentes composições e indicações que atuam como importantes agentes auxiliares na higiene bucal no combate à formação de biofilme e às doenças periodontais (SHEENS; ADDY, 2003; FINE, 2007). A sua disponibilidade no mercado tornou o seu uso rotineiro pelos pacientes, com ou sem indicação do cirurgião dentista. Esse fato torna essencial a realização de estudos

que esclareçam o seu provável efeito sobre o processo reacional e propriedades mecânicas das resinas, de tal forma que o profissional possa indicar corretamente os diferentes tipos dessas soluções.

2 REVISÃO DA LITERATURA

Esta revisão da literatura visa apresentar as resinas compostas e os monômeros comumente utilizados em Odontologia, as características da matriz polimérica da resina composta e o processo de polimerização. Em seguida, apresentar a influência do tipo de fonte polimerizadora, da profundidade de polimerização e do uso de diferentes tipos de enxaguatórios bucais na polimerização das resinas compostas.

Bowen (1956), em resposta à necessidade de um material restaurador durável e estético, desenvolveu os compósitos odontológicos, constituídos de monômeros de cadeia curta, o metacrilato. Em 1962 e 1963, aprimorou a composição das resinas, desenvolvendo um monômero longo, multifuncional, a partir da reação entre monômeros vinílicos e epóxidos, chamada de BisGMA e adicionou partículas de quartzo silanizadas a esse novo material resinoso, o que diminuiu radicalmente a contração de polimerização, expansão térmica e sorção de água, ao mesmo tempo em que aumentou o módulo de elasticidade e a dureza de superfície do material.

Ryge, Foley e Fairhurst (1961) recomendaram os testes de microdureza para classificação e comparação das propriedades de materiais odontológicos. Descreveram que a sugestão do uso de uma pirâmide de base quadrada com angulação de 136° foi feita por Smith e Sadland em 1925, o que deu origem à dureza Vickers, que era determinada usando cargas de 1 a 120 kgf. Na Odontologia, houve necessidade de diminuição da carga, surgindo então a microdureza. Dois tipos de indentadores foram citados como de uso com maior frequência: Vickers, com 136° e Knoop com $172,5^\circ$. Ainda no relato histórico, citaram que o uso da microdureza em odontologia foi iniciado por Hodge, em 1936, que avaliou a dentina e em seguida por

Knoop, Peters e Emersin em 1939, que mediram a dureza de alguns materiais, recomendando o uso também para vidros, plásticos, esmalte e porcelanas.

Segundo Asmussen (1984), o teste de dureza Wallace também serve para determinar a resistência à abrasão da superfície lisa da resina. Em seu trabalho, ele investiga o efeito de amolecimento por etanol e por ácidos orgânicos sobre placas de polímero à base de BisGMA. A dureza (Wallace) foi mensurada antes e após a imersão por 1 dia em etanol, ácido acético, ácido propiônico ou ácido láctico. Os últimos três líquidos induziram o amolecimento dos polímeros. O efeito de amolecimento foi mais acentuado nos polímeros constituídos de uma mistura de monômeros com baixo conteúdo de monômeros diluentes. O autor afirma que esses achados refletem a extensão de polimerização dos polímeros.

Ferracane e Greener (1984) compararam dois métodos de espectroscopia de absorção na região do infravermelho (FTIR) para determinar os grupos de metacrilatos residuais da resina BisGMA. Compararam o método de pastilha de KBr e o de transmissão através do filme de resina. Foram formulados 6 tipos de resinas com diferentes viscosidades (variando a quantidade de diluente) e os espectros de absorção na região do infravermelho (FTIR) foram realizados após 24 horas da polimerização do material. Utilizando a técnica com pastilhas de KBr foram obtidos valores de grau e conversão ligeiramente maiores que aqueles com a técnica do filme de resina. O grau de conversão variou segundo a quantidade de diluente e, quanto maior a concentração de TEGDMA maior o grau de conversão. Segundo os autores, quanto maior a concentração do diluente na resina mais completa é a cura, pois, provavelmente, a redução da viscosidade diminui a mobilidade das moléculas ativas durante a reação e, quanto às técnicas utilizadas, afirmam que a técnica do KBr é semelhante à técnica do filme de resina.

Ferracane (1985) teve por objetivo correlacionar a dureza Knoop com o grau de conversão calculado analisando a região dos espectros de absorção na região do infravermelho onde aparecem as duplas ligações de carbono (GC). Também comparou a fração de tempo com a dureza e grau de conversão. Foram utilizadas três resinas sem carga e quimicamente ativadas e quatro tempos de leitura (1h, 2h, 6h, 1dia). Os autores concluíram que a dureza se correlacionou bem com o grau de conversão apenas para uma resina, o valor absoluto de dureza não pode prever o valor absoluto de GC para todas as resinas. As propriedades mecânicas são mais dependentes da rede formada pela matriz orgânica e partículas de carga que do grau de conversão e o método indireto para medir grau de conversão das resinas é limitado.

Kanca (1985) avaliou o efeito do aumento do tempo de exposição (20 e 40 s) e da distância entre a fonte luminosa (luz halógena) e a resina composta para dentes posteriores (em contato e 4mm) usando como parâmetro de análise a dureza superficial e a uniformidade de polimerização. As leituras de dureza Barcol foram feitas na superfície e no fundo das amostras. A dureza na superfície variou pouco em relação ao tempo de exposição e à distância da fonte luminosa. A superfície de fundo exibiu uma variação maior. O autor citou que uma menor variação de dureza indica uma maior uniformidade de polimerização e concluiu que a diferença entre a dureza superficial e a do fundo diminuiu com a ampliação do tempo de exposição e aumentou com a distância entre a fonte de luz e a resina.

Ferracane e Greener (1986) avaliaram a profundidade de polimerização de resinas compostas - Prisma-fine (light-L, light Yellow-LY, light gray-LYG); Prisma fil (light-L, light Yellow-LY, light gray-LYG); Aurafill (light-L, Yellow-Y, gray-LG, graybrown GB) - em função da cor e da translucidez dos materiais, por meio de

dureza Knoop, 24 horas após a polimerização. As edentações foram realizadas a 1, 2, 3, 4 mm da superfície irradiada. A redução da dureza superficial foi notada, principalmente, entre os incrementos de 1 a 2 mm e 3 a 4 mm. As cores mais claras apresentaram polimerização em maior profundidade que as escuras, entretanto não foi observada diferença estatisticamente significativa entre as cores claras e escuras da resina composta Aurafill. Os autores concluíram que a profundidade de polimerização das resinas compostas fotopolimerizáveis pode ser menos dependente da cor do material do que de outros fatores.

DeWall e Ferracane (1987) compararam quatro métodos de avaliação da profundidade de polimerização de compósitos fotoativados: dureza, espectroscopia infravermelho, microscopia óptica e um teste de resistência à raspagem. Foram utilizadas 3 resinas compostas- Aurafill, Prisma-fill e Prisma Microfine- em profundidades diferentes, de 1 a 5 mm. O método de dureza avaliou a capacidade da resina resistir à penetração. Em geral, grandes valores de dureza são indicativos de uma polimerização mais efetiva. O microscópio óptico detecta mudanças na translucidez das resinas compostas relacionando-as à profundidade de polimerização. A espectroscopia por infravermelho é uma técnica utilizada para avaliar o percentual de ligações duplas de carbono que se convertem em ligações simples. O microscópio óptico e o teste de resistência à raspagem superestimaram a profundidade, enquanto os métodos de infravermelho e dureza reduziam esses valores drasticamente quando aumentada a distância entre a fonte de luz e a superfície da resina. Os autores concluíram que há uma forte correlação entre o valor da dureza e a determinação do grau de conversão pelo método de infravermelho. Observaram, também, que esse teste é o método preciso para avaliar a profundidade de polimerização de materiais resinosos por apresentar uma queda

mais acentuada do percentual de conversão monomérica à medida que há um aumento de profundidade. A resina Prisma Microfine apresentou menor profundidade de polimerização quando comparada à resina Prismafill esse fato pode ser explicado pela composição da porção inorgânica. Resinas microparticuladas são compostas de sílica, essa partícula dificultam a transmissão da luz provocando o seu espalhamento, limitando a polimerização da resina em profundidade.

Eliades, Vougiouklaskis e Caputo (1987) realizaram um estudo que teve por objetivo: 1) determinar o grau de insaturação em algumas fontes comerciais em função da distância da superfície exposta e o tempo de cura; 2) relatar a resposta mecânica dos parâmetros químicos de medida através da dureza Knoop em várias profundidades; 3) investigar a eficiência do pós-cura de cada sistema de polimerização. Ainda procurou determinar a extensão de polimerização por aumento da temperatura. Os resultados indicaram que o material microparticulado obteve menor profundidade de cura e maior soma de ligações não convertidas em função da distância e do tempo de exposição, também mostrou que o grau de conversão, a dureza e o padrão de cura foram ampliados com o aumento da carga inorgânica e a capacidade térmica da fração de partículas influenciou o grau de conversão. Após 24 h da cura, foi observado uma maior perda de calor induzido pela polimerização, atribuída ao final do efeito da polimerização.

Ruyter e Oysaed (1987) objetivaram determinar a composição, bem como a conversão após a polimerização de alguns compósitos dentais. Oito resinas compostas para dentes posteriores e duas para dentes anteriores foram analisadas. O peso e o volume de carga inorgânica foram determinados por combustão e análise fisiométrica. Os monômeros foram analisados qualitativa e quantitativamente por cromatografia de alta performance. A conversão dos grupamento de metacrilato foi

analisada por espectroscopia de infravermelho. Os resultados mostraram que, até 4mm de profundidade, o grau de conversão é aproximadamente constante e que a profundidade de polimerização é dependente da composição da carga do compósito, da fonte de luz ativadora e do tempo de irradiação. A profundidade foi maior com a luz visível (de 2 a 6 mm dependendo de outros fatores) do que com a luz ultravioleta(que mostrou valores até menores que 1mm). O tamanho das partículas de carga também influenciou na profundidade de polimerização, atribuída à capacidade de espalhamento de luz. Os autores mostraram que a conversão pode estar relacionada com a composição de monômeros e oligômeros usados no material.

Watts, Amer e Combe (1987) estudaram a dureza superficial de cinco resinas compostas fotoativadas, medidas em vários intervalos de tempo (15, 30, 45 e 60 minutos, 6 e 24 horas, 1 semana e 1 mês) e armazenados a 23°C e 37°C em água destilada. A dureza teve um aumento constante com o tempo e tendeu ao máximo, após uma semana de análise. A dureza aumentou substancialmente na primeira hora, em todos os casos e foi maior nas amostras armazenadas a 37°C quando comparadas às armazenadas a 23°C. Esses resultados refletem a progressiva reação de troca de ligação na matriz orgânica que continua após cessar a incidência da luz. A superfície das amostras armazenadas na água apresentou-se amolecida em relação as amostras a seco, uma vez que os valores de microdureza foram maiores quando a 37°C a seco. Os autores atribuem as diferenças na dureza entre os materiais ao fato deles possuírem diferentes composições e extensão de cura.

Rueggeberg e Craig (1988) realizaram um estudo com o propósito de: 1) desenvolver um método para controlar e medir o grau de conversão dos compósitos, sem desgastá-los ou polí-los, eliminar as variáveis que afetam a solubilidade e a

conversão preservando as espécimes a fim de favorecer os parâmetros testados; 2) determinar e comparar a sensibilidade do teste de dureza Knoop, de sorpção de água, de desgaste e de conversão dos monômeros, distinguir a diferença no preparo das amostras para cura através de diferentes porções de compósitos; 3) avaliar a habilidade do teste de dureza Knoop, de sorpção de água e de desgaste em prever a extensão da conversão dos monômeros. Após 24 horas, o grau de conversão foi medido por espectroscopia de infravermelho com reflectância total atenuada (ATR) e teste de dureza Knoop. Após 28 dias, a sorpção de água foi mensurada por pesagem e o desgaste foi mensurado por quantidade de conteúdo orgânico presente na solução após armazenamento. As técnicas de ATR e Knoop obtiveram sensibilidade maior ou igual entre si, a técnica de desgaste mostrou sensibilidade moderada e a técnica de sorpção de água mostrou nenhuma sensibilidade. Os autores consideram que o teste de dureza e a espectroscopia produziram os melhores prognósticos de conversão dos monômeros, sendo o desgaste o segundo melhor método e a sorpção de água o pior método, eles ainda afirmam que a técnica de sorpção de água não deve ser utilizada para avaliar a conversão de resinas.

Atmadja e Bryant (1990) avaliaram a profundidade de cura (superfície, 1, 2, 3, 4 e 6 mm) de quatro compósitos de diferentes composições por meio do ensaio de dureza Knoop. Verificaram que a dureza diminui com o aumento da profundidade e com a diminuição do tempo de exposição; e a dureza também foi bastante influenciada pela carga (tipo e concentração). A resina de micropartícula foi a mais afetada apresentando a menor dureza e a híbrida mostrou um declínio na dureza mais gradual. Os autores afirmam que o compósito continua a polimerização após a remoção da fonte de luz, 40s de polimerização é preferível a 20s e a redução do

porção de incremento pode produzir uma polimerização mais adequada que o aumento do tempo de exposição.

Chung e Greener (1990) estudaram a correlação entre grau de conversão, concentração de partículas e propriedades mecânicas de resinas compostas para dentes posteriores. As resinas com maior quantidade de partículas mostraram ser materiais mais duros e rígidos com resistência à compressão comparável ao esmalte e dentina. Esse trabalho mostrou correlação significativa entre a fração de volume das partículas, a força diametral e a resistência à compressão e, também, entre a fração de volume de partículas e a microdureza Knoop. Porém, não houve correlação entre o grau de conversão, analisado pelo método FTIR, e as propriedades mecânicas estudadas para nenhuma das resinas analisadas.

Caughman et al. (1991) avaliaram o potencial citotóxico das resinas compostas em cultura de fibroblastos de gengiva humana, baseada na inibição da síntese das proteínas celulares mantidas por incorporação de metionina. Três resinas foram selecionadas (P-50, Prisma microfina e Multi fill) contendo 45-86% de carga. Dois discos de cada resina foram polimerizadas por 15, 30 e 60s e o grau de conversão foi medido por FTIR. Os discos de resina foram colocadas sobre 35mm de cultura de fibroblastos gengivais de humanos e incubados por 24h a 37°C, uma camada de células foi marcada por 24h com metionina. Os resultados mostraram que houve um aumento percentual da conversão e diminuição da citotoxicidade. Os autores afirmaram que a razão carga/resina não foi o único fator determinante da toxicidade relativa do compósito.

Kopecky (1991) relata em seu livro que a interação da energia luminosa com a matéria é o requisito básico de um processo fotoquímico. Quando uma substância ou uma matéria é irradiada, é possível que a luz seja simplesmente

absorvida sem que nenhum fenômeno químico seja observado ou promova um aumento da temperatura na matéria. Em outros casos, é possível que esta irradiação provoque uma alteração na configuração eletrônica dos átomos ou moléculas, gerando espécies excitadas eletronicamente, capazes de desencadear uma reação fotoquímica.

Lundin e Koch (1992) utilizaram a espectroscopia Raman para determinar a diferença entre cavidades tipo classe II, restauradas com o compósito Occlusin, nas condições “*in vivo*” e “*in vitro*”. Os dentes foram divididos em dois grupos: no grupo 1 (*in vitro*) os dentes foram extraídos, estocados em solução de clorexidina 0,1% e submetidos a análise; no grupo 2 (*in vivo*) os dentes foram mantidos na cavidade oral por um período de 23 a 37 dias e, só então, extraídos e armazenados na mesma solução para posterior análise espectroscópica. Os resultados mostraram haver diferença estatisticamente significativa de grau de conversão entre as duas condições experimentais. Os melhores resultados foram obtidos na condição *in vivo*, os autores atribuem esse fato ao contato com alimentos aquecidos.

Nomoto e Hirasawa (1992) pesquisaram a profundidade de polimerização de três compósitos: Silux, P-30 (3M) e Palfique (Tokuyama Soda) fotoativados pelo aparelho Translux CL(Kulzer). Utilizou-se um espectrômetro de infravermelho para a quantificação do total de duplas ligações de carbono não reagidas. As moléculas não reagidas eram removidas, por meio de um solvente. Na superfície irradiada havia quantidade mínima de duplas ligações carbônicas totalmente não reagidas e essas aumentavam de acordo com o aumento da profundidade. Os valores de monômeros, totalmente não reagidos nos compósitos Silux e Palfique, diminuía à medida que aumentava o tempo de irradiação para 60 segundos. Por outro lado,

esse valor se manteve constante (7%), independente do tempo de irradiação no compósito P-30.

Pilo e Cardash (1992) mediram a dureza Knoop nas superfícies superior e inferior de amostras com 2mm de espessura, de seis resinas compostas indicadas para dentes anteriores e posteriores. As variáveis para essa análise foram: diferentes tempos de exposição (20 s 40 s e 60 s) e uma série de intervalos de tempo de armazenamento a partir da ativação até 72 horas (30, 60 e 120 min., e 1, 2 e 3 dias). As amostras foram armazenadas em 100% de umidade relativa a 37°C. A microdureza pós-irradiação, nas áreas inferior e superior, aumentou rapidamente na primeira hora, foi mais vagarosa durante 24 horas e não mostrou mais nenhum aumento após 24h. O aumento do tempo de exposição resultou em valores maiores de microdureza em ambas as superfícies. As alterações foram maiores para a superfície inferior e foram necessários tempos de exposição maiores que os recomendados pelo fabricante, especialmente para as resinas microparticuladas, para atingir uma microdureza relativa ótima de 80-90%. Percebeu-se que os valores máximos de dureza dependiam da fração volumétrica, mas não do tamanho médio da carga inorgânica. O aumento da dureza após a irradiação foi independente das características das resinas, provavelmente relacionado à cinética da polimerização. Como conclusão, os autores sugerem que aumentem o tempo de exposição recomendado pelos fabricantes.

Pires et al. (1993) examinaram o efeito da intensidade luminosa de um aparelho fotopolimerizador de luz halógena (obtida por radiômetros diferentes) e da distância entre a ponta fotoativadora e a resina composta (0, 2, 6 e 12 mm) na fotoativação da resina (indicada pela microdureza). Os resultados evidenciaram que a dureza na face inferior é substancialmente menor que a dureza da face superior e

que ela diminui conforme a ponta se distancia, isto é, a profundidade de polimerização é reduzida com o aumento da distância da ponta. A diferença na dureza entre as faces superiores e as inferiores foi estatisticamente significativa para todas as distâncias. Assim, os autores concluíram que, para garantir uma profundidade adequada de polimerização, os tempos de fotoativação recomendados pelos fabricantes devem ser aumentados sempre que a intensidade luminosa esteja reduzida pela distância da ponta fotoativadora ou por qualquer outro fator.

Rueggeberg, Caughman e Curtis (1994) investigaram a interdependência da duração de exposição e a intensidade das fontes de luz sobre resinas compostas (micropartícula e híbrida de cor universal), em diferentes profundidades (1, 2 e 3 mm a partir da superfície) em um simulador de restauração de resina composta fotoativada. Foi realizada análise espectroscópica na região do Infravermelho (IR). Os resultados indicaram um efeito drástico da profundidade na cura dos compósitos, sendo que as profundidades maiores que 2mm resultaram na pior cura e a polimerização foi muito susceptível a alteração da intensidade da luz e duração da exposição. Diante destes resultados os autores recomendam que seja utilizado rotineiramente o tempo de 60s para intensidades de luz menores que 400mW/cm^2 , as camadas incrementais não podem exceder 2mm, sendo o ideal 1mm, e não podem ser utilizadas as fontes com intensidades menores que 233mW/cm^2 , devido à baixa capacidade de cura.

Manga, Charlton e Wakefield (1995) avaliaram *in vitro* o uso de um radiômetro para prever a profundidade de polimerização correlacionando com valores percentuais de dureza Knoop. O valor de 80% de dureza foi usado como padrão, para indicar a polimerização satisfatória. Os valores foram correlacionados com as leituras do radiômetro para avaliar capacidade de polimerização dos

aparelhos. Teste estatísticos mostraram que há 10% de probabilidade de que um aparelho fotopolimerizador com leitura de 300 mW/cm^2 no radiômetro produza resina composta com mais de 80% de percentual de dureza. Os autores concluíram que o radiômetro é um método aceitável para determinar a eficiência de aparelhos fotopolimerizadores para polimerizar resinas compostas. E que o valor de 300 mW/cm^2 no radiômetro talvez seja muito baixo para polimerizar resinas compostas adequadamente.

Gopferich (1996) apresentou as características mais importantes da degradação e erosão dos polímeros degradáveis *in vitro*. Descreveu os parâmetros da degradação química, tipos de ligação de polímeros, pH e composição dos copolímeros. O autor exemplifica através desses parâmetros como controlar o grau de degradação dos polímeros, que por sua vez conduz à erosão. Como resultado desse processo há mudanças na morfologia, no pH e nas propriedades dos oligômeros e polímeros bem como na cristalinidade.

Gürkan, Önem e Köprülü (1997) avaliaram o efeito de enxagatórios contendo álcool (Viadent®) e sem álcool (Rembrandt®) sobre a microdureza de três diferentes tipos de materiais restauradores (resina composta, ionômero de vidro e selante de fissuras). Os materiais foram mantidos em solução durante 12 horas à 37°C , o que equivale a um ano e dois minutos de uso diário, após este período as amostras foram imersas em água destilada. Em seguida foi realizada as medidas de dureza Knoop, com carga de 500g. Os resultados mostraram diferença estatisticamente significantes ($p \leq 0.05$) entre os grupos testados, logo os autores concluíram que o álcool presente no enxagatório afeta a microdureza dos materiais restauradores, porém o álcool não é o único fator da solução que provoca o amolecimento dos materiais.

Hansen e Asmussen (1997) estudaram a correlação entre a profundidade de polimerização e o afastamento da fonte irradiadora. Empregaram duas fontes ativadoras de luz visível (por 40 segundos) e duas resinas compostas. O afastamento a partir da superfície do material foi de 0, 2, 4, 6, 9, 12, 18 e 30 mm. Os dois materiais sofreram semelhante redução da dureza em função da distância da luz ativadora. Os resultados mostraram que independentemente da distância da fonte ativadora, não foram encontradas diferenças de durezas significantes até a profundidade de 3 mm e mesmo em cavidades profundas quando os procedimentos padrões foram seguidos. Os autores afirmam que o emprego de lâmpadas eficientes, camadas finas e, se necessário, irradiação prolongada produz uma polimerização adequada das resinas.

Mehl, Hickel e Kunzelmen (1997) avaliaram a influência da cura com fonte de luz “soft start” em diferentes condições de cura inicial, nas propriedades físicas do material: módulo flexural, resistência flexural e microdureza Vickers de diferentes compósitos (Tetric e Charisma). Os resultados mostraram que a cura inicial com diminuição da intensidade da luz seguido pela cura final com alta intensidade não tem influência na microdureza e aumentou o módulo flexural e a resistência flexural. Os autores afirmam que a cura inicial com baixo nível de intensidade de cura seguida pela cura final com alta intensidade melhora significativamente a integridade marginal do compósito e as propriedades mecânicas do material.

Pereira (1997) avaliaram a influência da intensidade de luz e da fonte ativadora na profundidade de polimerização da resina composta Herculite XR (Kerr) por meio do teste de dureza Vickers. Foram selecionados 12 aparelhos fotopolimerizadores, de diferentes modelos e marcas comerciais, divididos em 12 grupos, de acordo com a intensidade de luz, que variou de 30 a 800 mW/cm².

Realizaram 3 edentações a cada milímetro de profundidade, totalizando 4 mm para a profundidade padrão. Os resultados demonstraram relação diretamente proporcional entre a dureza, nas diferentes profundidades, e a intensidade de luz. Os autores concluíram que aparelhos com alta intensidade de luz permitem maior capacidade de polimerização, e que o grau máximo de polimerização a 1, 2, 3 e 4 mm de profundidade seria obtida com o mínimo de 564,54; 628,21; 692,64 e 756,67 mW/cm² de intensidade de luz respectivamente.

Peutzfeldt (1997) estudou os sistemas monoméricos das resinas compostas odontológicas. Ele relata que as resinas compostas para uso odontológico são constituídas basicamente por partículas inorgânicas cercadas por matriz orgânica polimérica e que estas partículas possuem uma cobertura com um organo-silano que garante a união química da matriz resinosa com as partículas de carga. Além dos monômeros, o autor cita que a matriz resinosa também apresenta outros componentes como: iniciadores, estabilizadores e pigmentos. O autor descreve os monômero e suas características: o BisGMA que apresenta um extenso comprimento da cadeia molecular que diminui a contração de polimerização e a estrutura aromática no centro da molécula confere rigidez à massa resultante; O TEGDMA que funciona não somente como um diluente, mas também como um agente de ligação cruzada, melhorando grandemente a polimerização do monômero e as propriedades físicas da resina; o BisEMA (bisfenol A dimetacrilato etoxilado), também chamado de Bis-GMA etoxilado, que é outro monômero multifuncional usado em formulações de resinas compostas, ele é estruturalmente análogo ao Bis-GMA possuindo os anéis benzênicos no centro da molécula, o que conferem rigidez à cadeia, o esse monômero foi obtido por uma modificação na molécula de Bis-GMA através de substituição dos grupamentos pendentes de hidroxila por um átomo de

hidrogênio, estes grupamentos hidroxila são responsáveis pela sorpção de água e principalmente pela viscosidade extremamente alta do Bis-GMA, pois formam ligações intermoleculares por ligações de hidrogênio, estas ligações aumentam a interação intermolecular do Bis-GMA, dificultando a mobilidade ou o deslizamento entre as cadeias; o UDMA (uretano dimetacrilato) que é um líquido pouco viscoso à temperatura ambiente e obtido como produto da reação entre a porção alifática de Bis-GMA com um di-isocianato, esse monômero tem peso molecular próximo ao Bis-GMA, porém baixa viscosidade e pode ser utilizado sem a necessidade de adicionar um diluente, sua cadeia alifática de alto peso molecular produz baixa contração de polimerização, além de ser altamente flexível devido à ausência dos anéis aromáticos. O autor relata ainda que a presença de cada um dos monômeros em uma formulação resinosa é crítica às propriedades do compósito, como por exemplo: se a concentração de Bis-GMA aumentar, a quantidade de monômeros residuais após a fotopolimerização também aumentará, em contrapartida, caso seja incorporado diluentes em excesso para facilitar a manipulação da resina, a contração de polimerização será maior. Entretanto, como a densidade de ligações cruzadas é maior, a sorção de água e o escoamento viscoso serão diminuídos.

Tsuda e Arends (1997) realizaram uma revisão sobre as recentes aplicações da espectroscopia de micro Raman e Raman com transformada de Fourier (FT-Raman) no estudo da dureza dos tecidos dentais e cálculos dentais. Foi dada atenção especial aos componentes minerais do esmalte, dentina e cálculo, e formação de fluoretos de cálcio no esmalte. Os resultados obtidos através da espectroscopia de micro Raman mostraram que a formação de fluoretos de cálcio no esmalte por tratamento com flúor fosfato acidulado foi detectado por esta técnica, assim como a orientação cristalina no esmalte também foi detectada. A

espectroscopia FT-Raman pode ser utilizada para obtenção de sinal de Raman livre de fluorescência para materiais biológicos, portanto, através dessa técnica é possível identificar os componentes minerais presentes na cálcio dental.

Asmussen e Peutzfeldt (1998) tiveram por objetivo determinar o efeito do UDMA, BisGMA e TEGDMA nas propriedades mecânicas de resinas compostas experimentais. Foram feitas 30 misturas de monômeros de TEGDMA, BisGMA e/ou UDMA e, também, foram produzidos 5 misturas de monômeros TEGDMA e BisGMA formulados com relação à proporção molar percentual: 30/70, 40/60, 50/50, 60/40 e 70/30, respectivamente. Outras misturas foram feitas com o BisGMA sendo sucessivamente substituído por UDMA, 10mol% por vez; estas misturas foram feitas para serem polimerizadas por luz e acrescentado carga. Após uma semana foram realizadas medidas de resistência à tensão diametral, flexural e módulo de elasticidade, após uma semana. Os resultados mostraram que a resistência à tensão diametral da resina composta variou entre 52 e 59 MPa, a resistência flexural variou entre 137 e 167 MPa, e o módulo de elasticidade variou entre 8 e 11,1 GPa. A análise estatística mostrou que a substituição do BisGMA ou TEGDMA por UDMA resultou em um aumento na resistência flexural. Além disso, a resina que continha UDMA e variação na proporção BisGMA/TEGDMA apresentou módulo de elasticidade máximo e o tamanho desse máximo no módulo de elasticidade diminuiu como aumento de conteúdo de UDMA.

Koran e Kürschner (1998) avaliaram o efeito da técnica de dois passos de cura pela luz, começando com um período de baixa intensidade seguido por um de alta intensidade. Foram realizados cinco diferentes métodos para avaliar a variação da irradiação: teste de dureza superficial, adesiva, contração, viscosidade, e concentração de monômero residual/ grau de polimerização. Os autores afirmam

que o emprego da técnica de polimerização progressiva, iniciada com intensidade de luz baixa e finalizada com alta, proporciona maior escoamento da resina composta, reduzindo o estresse de contração de polimerização e, conseqüentemente, preservando a integridade marginal. Contudo, estes mesmos autores alertam para o fato de que a técnica de polimerização progressiva pode não afetar os resultados de dureza superficial e a contração de monômeros residuais, desde que o valor final da intensidade de luz seja alto o suficiente para completar a polimerização.

Hayakawa et al. (1999) avaliaram a atividade de polimerização e co-polimerização de vários tipos de monômeros de resina usando o método de calorimetria diferencial por varredura (DSC). Foram utilizados dez monômeros de diferentes tipos (dimetacrilatos alifáticos, aromáticos, etilenoglicol dimetacrilato e uretano dimetacrilados). Após análise dos resultados, os autores concluíram que a dinâmica DSC é o método mais conveniente para investigar a atividade de polimerização e co-polimerização.

Lovell, Newman e Bowman (1999) realizaram um trabalho que teve como objetivo examinar o efeito da intensidade da luz, da temperatura e da composição de resinas compostas experimentais a base de BisGMA e TEGDMA, através da observação do comportamento da polimerização e copolimerização do sistema BisGMA/TEGDMA. Foi utilizado teste de calorimetria diferencial por varredura (DSC) para monitorar o padrão de polimerização nas várias condições experimentais. Os resultados mostraram que o nível máximo de polimerização foi significativamente afetado pela intensidade da luz, e a temperatura de polimerização afetou a conversão. A mistura que continha de 50 a 75% do peso de BisGMA apresentou nível máximo de viscosidade. A característica de viscosidade apresentada neste trabalho sugere que o TEGDMA é um excelente diluente já que ele aumenta a

mobilidade da moléculas na reação, no entanto, o aumento da reação é devido a presença do BisGMA. Logo, baseado na dependência composicional, os autores concluíram que a proporção de BisGMA na mistura amplia o controle do mecanismo e a cinética da polimerização.

Masuda, Maluf e Muench (1999) estudaram a dureza Knoop de duas resinas compostas híbridas (Degufill H e Z100) ambas na cor A2, utilizando as variáveis: tempo de irradiação, tipos de camadas, idade e profundidade. Para isso, foram feitos corpos-de-prova com 6 mm de altura, com disposição de camadas de espessura diferentes: a primeira camada, do fundo, com 2mm de altura, e a segunda ou superior com 4 mm; o outro tipo de camada foi : a primeira camada do fundo com 4mm e a segunda (superior) com 2mm. A fotoativação foi feita por 40s e 80s e a dureza foi determinada em 1 semana, 1 mês e 2 meses, mantendo as amostras em soro fisiológico a 37°C. Os autores concluíram que um maior tempo de irradiação resultou em uma maior dureza da resina Degufill H mas não da Z100, a dureza da Degufill H aumentou no período entre 1 semana e 1 mês, mas diminuiu entre 1 mês e 2 meses e a da Z100 diminuiu constantemente entre 1 semana e 2 meses. Essa diminuição da dureza foi explicada pela absorção de água pela resina, em que a difusão de água provoca discreta separação das cadeias poliméricas e com isso menor dureza. Também concluíram que as durezas diminuíram com a profundidade e que isso ocorreu mais nas espessuras maiores.

Pianelli et al. (1999) descreveu as vantagens e as limitações da espectroscopia de micro Raman comparada a técnica de Infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) e outras, utilizadas para calcular o grau de conversão local e a profundidade de cura da resina composta Z100. Foram analisadas as profundidade de 0,5; 1; 2; 3 e 4mm. Os resultados mostraram que a

técnica FTIR consome mais tempo e possui performance igual a técnica utilizada com acessório de ATR, houve redução do grau de conversão com a profundidade sendo maior para a superfície (0mm) e menor para 4mm de profundidade, o grau de conversão aumentou durante as primeiras 24h após a polimerização. Os autores concluíram que a técnica de micro Raman é uma técnica mais fácil e possui melhor desempenho para avaliar o grau de conversão da resina durante o primeiro estágio de polimerização, sendo mais adequado que a técnica de FTIR. Eles afirmaram que os ensaios mecânicos (dureza / módulo de Young) são mais sensíveis que as técnicas espectroscópicas vibracionais.

Rueggeberg, Caughman e Chan (1999) avaliaram um método de monitorar a reação de polimerização durante a cura. Foi utilizada espectroscopia de infravermelho com reflectância total atenuada (ATR), sendo que os espectros foram obtidos continuamente durante a polimerização. Também foram avaliadas as profundidades de 0, 1, 2 e 3 mm abaixo da superfície e utilizadas diferentes condições de exposição: contínuo de 40 e 60s com intensidade de 800mW/cm^2 e com variação de intensidade, inicial de 10s com intensidade de 133mW/cm^2 e os outros 30 e 50s com intensidade de 800mW/cm^2 . Para todos os tempos os picos de valor de conversão foi maior para exposição contínua, sendo que os valores de conversão equivalente foi melhor na superfície para as duas condições de polimerização e o comportamento foi similar em 3 e 4 mm de profundidade em ambos os tempos usados. O método de cura com variação da intensidade promoveu redução da conversão e a tensão de contração foi suficiente para descolar a espécime da matriz de cristal após 20 s de exposição. Os autores concluíram que o estresse desenvolvido pela cura do compósito não é uniforme e os valores de estresse desenvolvido na superfície da restauração são maiores.

Tate, Proter e Dosh (1999) abordaram algumas relevâncias no processo de fotoativação. O espectro de absorção para o fotoiniciador mais comum presente nos compósitos fotoativados, a canforoquinona, está entre 450 e 500 nm com o máximo de absorção em 477nm. A luz de polimerização é medida em intensidade de radiação (mW/cm^2) e pode afetar as propriedades físicas dos compósitos, como a adesão. Os autores verificaram na literatura que o mínimo de $400 \text{ mW}/\text{cm}^2$ é indicada para polimerizar resinas compostas, e que altas intensidades podem aumentar a contração de polimerização. Um instrumento eficiente para se medir a intensidade de radiação dos aparelhos fotoativadores é o radiômetro, que é capaz de medir a intensidade de luz em um estreito comprimento de onda. Mostraram, também, que alguns fatores podem influenciar na transmissão de luz através dos materiais como, a espessura e a cor do material (cor escura prejudica a transmissão de luz), a quantidade e o tamanho das partículas (partículas de $0,01$ a $1\mu\text{m}$ reduzem a penetração da luz), forma da cavidade e a distância entre a fonte e a superfície da restauração. Como a polimerização dos materiais restauradores geralmente diminui da superfície para o interior da resina, os autores afirmam que apenas a dureza de superfície não pode ser considerada como um bom indicador de que a resina foi completamente polimerizada.

Correr-Sobrinho et al. (2000) verificaram a influência da distância da ponta fotoativadora na dureza Knoop em diferentes profundidades, utilizando uma resina de micropartícula e uma híbrida. As resina foram inseridas em uma matriz metálica de $2,5 \text{ mm}$ de altura, e polimerizadas com o aparelho XL 3000, com intensidade de $750 \text{ mW}/\text{cm}^2$, por 40 s com a ponta fotoativadora colocada nas distâncias de 0 , 6 e 12 mm em relação ao compósito. Para a resina híbrida, houve uma redução nos valores de dureza com o aumento da distância da ponta. Para a microparticulada, o

aumento da distância não mostrou diferença estatisticamente significativa nos valores de dureza Knoop, no entanto, a 6 e 12 mm as camadas mais profundas mostraram uma redução na dureza em relação a superfície. Entretanto, a resina composta híbrida obteve valores de dureza superiores à microhíbrida para as três distâncias estudadas. Os autores sugeriram que esta diferença entre as resinas deve-se, principalmente, ao tamanho e tipo da partícula de carga, compósito de partículas maiores têm uma melhor polimerização pois dispersam menos luz. Concluíram que a profundidade de polimerização é limitada e dependente de vários fatores, principalmente da localização da fonte de luz e do tipo de partícula de carga do compósito.

Peutzfeldt e Asmussen (2000) determinaram o efeito do método de pós-cura no grau de conversão, nas propriedades mecânicas e no desgaste “in vitro” de duas resinas compostas (Z100 e Charisma). O método de pós-cura é utilizado para confecção de restaurações inlay bem como outros propósitos em muitos laboratórios dentais ou oficinas dentais. O grau de conversão foi determinado usando espectroscopia de transmissão no Infravermelho e foram testadas as propriedades mecânicas de resistência a tensão diametral, resistência flexural e módulo flexural. Os resultados mostraram que o método do pós-cura aumentou o grau de conversão dos materiais, para a resina Charisma houve um aumento das propriedades mecânicas, no entanto o mesmo efeito não foi encontrado para as propriedades da Z100. Os autores afirmam que o método de pós-cura usados pelos laboratórios dentais e oficinas aumentam o grau de conversão da Z100 e da Charisma bem como as propriedades mecânicas e resistência ao desgaste da Charisma .

Rueggeberg, Ergle e Mettenburg (2000) investigaram a profundidade de polimerização de uma resina composta híbrida usando luz halógena convencional

(padrão), luz halógena com programa “soft star” e com alta intensidade; aparelho de arco de plasma e laser de argônio com 250 mW de potência. Os valores de dureza Knoop obtidos com cada unidade foram comparados com a luz halógena convencional por 40 s (controle). A profundidade de polimerização foi definida como a maior profundidade onde os valores foram equivalentes a 0,5 mm para cada unidade fotopolimerizadora. As unidades de luz halógena convencionais promoveram similares perfis de dureza a 2 mm de profundidade. Independentemente do uso de uma unidade diferente ou de ponta fotoativadora diferente os resultados foram semelhantes ao modelo convencional. Os programas de “soft star”, bem como as unidades de luz halógena com alta intensidade por 10 s promoveram valores de dureza, em 2mm de profundidade, semelhantes a luz halógena padrão por 40s. A exposição com arco de plasma por 10 s também promoveram dureza semelhante à luz halógena convencional até 2 mm de profundidade. O laser de argônio, por 5 s e 10s, em 2mm de profundidade, mostrou dureza semelhante ao padrão. Com 3mm de profundidade apenas o laser de argônio por 20 s mostrou valores de dureza semelhantes à luz halógena convencional. A profundidade de polimerização na maioria das unidades não foi maior de 2mm. Os autores concluíram que fontes de luz halógena com diferentes diâmetros de ponta fotoativadora (8 e 12 mm) promoveram características similares de polimerização. Ao utilizar as unidades de luz halógena com alta intensidade e o argônio, pode-se reduzir o tempo de exposição para se promover dureza semelhante à luz convencional. E levando em consideração inclusive as unidades de alta intensidade, os incrementos não devem ser maiores que 2mm para promover uma dureza homogênea.

Santos et al. (2000) avaliaram a eficácia de dois aparelhos fotopolimerizadores do tipo pistola (de alta intensidade de luz), comparado a um aparelho a cabo (de baixa intensidade de luz) utilizando tempos de exposição de 20 e 40s e profundidades de 1 a 4 mm. O grau de polimerização das resinas foi avaliado através do teste de microdureza Knoop. Os resultados mostraram haver diferença estatisticamente significativa entre os tempos, sendo que utilizando 40s a dureza foi maior com 20s para todas as profundidades. Analisando o fator aparelho os aparelhos tipo pistola produziram valores de dureza superiores comparado aos tipo cabo. As profundidades mostram diferença estatisticamente significativa entre si e foi maior para as menores profundidades.

Silikas, Eliade e Watts (2000) mensuraram o grau de conversão e a tensão de contração de dois compósitos (Z100 e Tetric Ceram) e testaram as seguintes hipóteses: 1) redução da intensidade da luz pode não significar a redução dos valores de grau de conversão, 2) a redução da intensidade de luz na amostra pode não significar a redução na tensão de contração e 3) a técnica soft-star pode não reduzir a tensão de contração final comparada a irradiação convencional de alta intensidade com a mesma fonte. Foi utilizado a fonte de luz Elipar Highlight na intensidade de 750mW/cm^2 por 40s (M1), 200mW/cm^2 por 10s mais 750mW/cm^2 por 30s (M2), 200mW/cm^2 por 40s (M3) e 750mW/cm^2 por 10 s (M4). Do modo M2 para M1 não houve redução no grau de conversão para nenhuma resina, a tensão de contração foi semelhante para todos os modos após 30min, a redução da intensidade da luz tanto em 10s quanto em 40s provocou redução na tensão de contração e com a regressão linear ambas as resinas em todos os tempos de cura e intensidades da luz obtiveram relação positiva entre tensão/ grau de conversão. Os autores concluíram que, para os materiais e as intensidades de luz estudadas, a

redução dos problemas relacionados à contração também reduz o grau de conversão, esse fato pode ser gerado por uma adequada performance de cura na polimerização da resina. Os autores afirmam que o grau de conversão não é um parâmetro exclusivo para descrever característica ligação e o entendimento completo de seu papel é uma importante meta.

Abate, Zahra e Macchi (2001) procuraram caracterizar a relação entre energia luminosa total e a dureza de quatro resinas compostas fotoativadas sobre várias condições com luz halógena. Foram confeccionados discos de resinas híbrida, microparticulada e fluida (todas na cor A3) ativadas com as energias luminosas de $22,6 \text{ J/cm}^2$, $15,7 \text{ J/cm}^2$, 9 J/cm^2 ou $6,7 \text{ J/cm}^2$. Ainda foram utilizadas variáveis como a distância da ponta fotoativadora à superfície do material (0, 5, 10, 15 mm) e o tempo de ativação (40 s, 28 s, 16 s e 12 s). A dureza Barcol foi avaliada na superfície irradiada do corpo-de-prova. Não foram encontradas diferenças significantes para a dureza na superfície ao variar a distância da ponta fotoativadora ou o tempo de fotoativação, porém houve diferença entre os materiais e as densidades de energia utilizadas. Concluiu-se que a dureza da superfície dos materiais está relacionada com a energia luminosa total utilizada para a ativação.

Kurachi et al. (2001) avaliaram a dureza da resina composta (Z100), fotopolimerizada por cinco tipos de aparelhos LEDs (2, 3, 4, 5, 6 LEDs) comparada a polimerização com luz convencional halógena. Os espécimes foram curados utilizando os tempos de 20, 40, 60, 120 e 180s para cada organização de LEDs e com a lâmpada halógena foi utilizado o tempo padrão de 40s. Foram preparados compósitos com 0,35; 1,25 e 1,8 mm de espessura. Os resultados mostraram que todos os espécimes curados por aparelhos LEDs mostraram valores de dureza inferior quando comparado aos curados por luz halógena. O aparelho LED

composto por 6 LEDs foi o mais eficiente dos LEDs, sendo necessário longo tempo de exposição ou pequena camada de resina para proporcionarem moderado valor de dureza. Os autores afirmam que o aparelho LED mostrou ser uma alternativa promissora para polimerização e , além disso, o desenvolvimento desse instrumento podem resultar em aparelhos mais eficientes que as lâmpadas convencionais.

Leonard et al. (2001) determinaram a irradiação mínima requerida para a fotoativação de um compósito híbrido e um de micropartícula com 2mm de espessura, utilizando diferentes tempo (40 s e 60 s) e valores de potência (100 até 700 mW/cm², com aumento crescente 25 mW/cm²). Após 24 horas a dureza Knoop foi medida para cada lado da amostra e foi calculado o percentual de dureza de topo e fundo. Um valor mínimo de 80% foi usado para indicar um polimerização satisfatória (média dos valores do topo dividido pela média dos valores do fundo multiplicado por 100). Os resultados mostraram que uma potência de 300 mW/cm² pareceu adequada para uma apropriada polimerização da resina híbrida, porém a resina de micropartícula precisou de mais que o dobro de irradiação do que a híbrida para ser considerada fotoativada adequadamente, provavelmente devido às pequenas partículas da resina microparticulada que causam dispersão da luz, diminuindo a profundidade e a efetividade da polimerização. Os autores concluíram que estes resultados indicam que os valores mínimos de irradiação previamente determinados podem ser insuficientes para fotoativação adequada de compósitos resinosos de micropartículas.

Lovell et al. (2001) investigaram o efeito do padrão de cura nas propriedades mecânicas das resinas dentais de dimetacrilato (75%/ 25% BISGMA/TEGDMA). As resinas foram monitoradas por espectroscopia de infravermelho próximo (NIR). A temperatura de transição vítrea (T_g) e os módulos, em função da temperatura, foram

determinados por análise mecânica dinâmica (DMA). A formação de ligações pode ser caracterizadas em função da temperatura do corpo e das duplas ligações convertidas. O padrão de polimerização destas resinas foram vastamente diferentes, com similar T_g e módulos. Este estudo mostrou que houve um aumento de ligações cruzadas no sistema de dimetacrilato, como o BISGMA/TEGDMA, exibindo estrutura de cadeia e propriedades similares em função da conversão das duplas ligações, independentemente do método de cura .

Stansbury e Dickens (2001) estudaram a validade e a praticidade da técnica espectroscópica do infravermelho próximo (NIR) para mensurar a conversão das resinas compostas. Foi realizada a comparação entre o método de análise do NIR e mid-IR (Infravermelho médio) usando duas técnicas: 1) a análise de espécimes de resina de BisGMA/TEGDMA, fotopolimerizáveis, por meio da transmitância de NIR e análise dessas espécimes por meio do mid-IR, utilizando com pastilhas de KBr; 2) análise por mid-IR de finos filmes de resina fotocurados e análise dessas espécimes (filmes de resina) por NIR, foram comprimidos vários destes filmes em um dispositivo e analisados por NIR . Os valores de conversão obtidos por NIR e por mid-IR não foram significativamente diferentes; e a sensibilidade da técnica NIR foi superior a do mid-IR. Os autores concluíram que a análise não destrutiva de conversão da resina dental, o NIR, ofereceu vantagens de conveniência, praticidade e precisão comparado com a análise mid-IR.

Okada et al. (2001) investigaram o efeito da saliva utilizada para armazenamento líquido e o efeito do tempo de armazenamento na dureza superficial das resinas Fuji IX, Dyract, Z100 e Estio LC. Os espécimes foram imersos em água destilada e saliva da parótida humana, a dureza Vickers foi analisada após 1, 7, 20 e 40 dias e foram utilizados dois métodos de caracterização: espectroscopia

fotoeletrônica de Raio-X (XPS) para composição química da superfície e microanálise de investigação eletrônica (EPMA) para análise da profundidade. Os resultados mostraram que a resina Fuji obteve aumento da dureza com o tempo de armazenamento em ambas as soluções (após 40 dias aumentou 39%), os valores de dureza foram maiores para os grupos com saliva e após 40 dias houve aumento da dureza para todas as resinas sendo maior na resina Fuji, seguida da resina Dyract, Estio e por fim a Z100. Os autores afirmam que a saliva produziu efeito extraordinário sobre a resina Fuji, aumentando sua dureza.

Consani et al. (2002) verificaram o efeito da inserção do compósito em camadas ou bloco único e dos métodos de ativação por luz contínua, duplo pulso ou por luz intermitente sobre os valores de dureza Knoop em resinas compostas com cargas diferentes (Z100 e Alert). Os resultados mostraram que a Z100 apresentou maiores valores médios de dureza e, na técnica de porção única, e a dureza na superfície foi maior que nas demais profundidades, independente dos fatores. Para a Z100 todos os métodos de fotoativação promavaram maiores valores de dureza na inserção dupla, enquanto para Alert a ativação por luz contínua promoveu similaridade estatística entre os dois tipos de inserção. Os autores verificaram que quanto mais espessas for a camada de resina menor será a dureza dos compósitos nas regiões mais fundas.

Dunn e Bush (2002) comparam aparelhos fotoativadores de luz halógena com aparelhos LEDs. Analisando a microdureza Knoop na superfície e na face oposta das amostras de resina verificaram que os valores foram maiores para as resinas fotoativadas com luz halógena quando comparadas as fotoativadas com LED.

Fan et al. (2002) chamaram atenção para fatores que podem exercer influência sobre a fotoativação da resina composta, como por exemplo: a composição do material, o tipo e concentração do fotoiniciador, o comprimento de onda da luz e o máximo do comprimento de onda, a intensidade da luz e o tempo de irradiação. Como método para avaliar a polimerização da resina, os autores sugeriram a avaliação da profundidade de polimerização que pode ser medida por teste de dureza, de interação com corantes, mudanças de translucência, grau de conversão, microimagem de ressonância magnética, teste de penetração e teste de desgaste. Os autores compararam diversas cores de 5 marcas de resina e testaram a profundidade de polimerização pelo método sugerido pela ISO (International Organization for Standardiation) onde a mínima intensidade de luz necessária é de 300mW/cm^2 e comprimento de onda de 400 a 515nm. Para uma resina ser aceita, é necessário que o tempo de ativação recomendado pelo fabricante promova 1,5 mm de profundidade de polimerização. Para avaliar essa profundidade de polimerização foi padronizado o método de raspagem da porção não polimerizada, com espátula de plástico. Concluíram que os aparelhos com intensidade de 300mW/cm^2 parece ser efetivo na fotoativação da maioria das resinas se utilizado um tempo de irradiação apropriado.

Gurdal, Guniz e Hakan (2002) examinaram o efeito de três enxaguatórios bucais sobre três materiais estéticos diferentes(resina composta, cimento ionômero de vidro e compômero). Os enxaguatórios foram utilizados como grupos de tratamento enquanto a água destilada serviu como controle. Foram confeccionados 72 espécimes armazenadas em soluções enxaguatórias por 12 horas o que equivaleram a um ano e dois minutos de bochechos diários. Alterações entre mensurações iniciais e pós-tratamento foram realizadas tanto para microdureza

como para cor. Os autores observaram não haver interação significativa entre as soluções e os materiais testados para a microdureza e para alteração de cor. Eles afirmam que os efeitos dos enxaguatórios *in vivo* depende de vários fatores que não poderiam ser aplicados *in vitro*, logo, concluíram que o uso diário de enxaguatórios não é contra indicado.

Halvorson, Erikson e Davidson (2002) avaliaram por meio da espectroscopia de infravermelho a relação entre extensão de polimerização e energia (dose) aplicada durante a fotoativação da resina composta. Houve diferença nos valores de grau de conversão entre as resinas compostas, no entanto a conversão em 24 horas e em 5 minutos foi muito semelhante. As resinas obtiveram graus de conversão muito semelhantes quando a densidade de energia foi mantida e a relação entre a intensidade e o tempo de exposição foram alterados. Mesmo utilizando-se a máxima intensidade houve uma limitação na conversão, característica do grande número de ligações cruzadas do polímero que restringem a mobilidade dos constituintes da rede. Conversão similar foi encontrada quando utilizadas energias equivalentes, mostrando evidências para a relação recíproca entre intensidade e tempo de exposição de significativa importância no estudo de conversão em função do total de doses aplicadas. Este relacionamento estabelece o perfil de polimerização de uma resina composta como uma correlação universal entre tempo de exposição e intensidade.

Leloup et al. (2002) determinaram a profundidade de polimerização da resina composta em relação a diferentes parâmetros (espessura das amostras, cor e translucidez de resina, diferentes aparelhos fotoativadores de luz halógena e distância de ponta fotoativadora) clinicamente relevantes. Para essa análise foi utilizado o método de espectroscopia RAMAN. Os resultados mostraram a

importância da transmissão de luz durante a fotoativação e a influência da espessura da amostra na profundidade de polimerização. A cor e a translucidez da resina também podem modificar a transmissão da luz e, conseqüentemente, influenciar o grau de conversão. A intensidade de luz e a distância da ponta fotoativadora também são importantes parâmetros que influenciaram a ativação. Para todas as espessuras da resina composta quando foi observado uma significativa redução na profundidade de polimerização quando utilizada a fonte de luz com intensidade de 300 mW/cm^2 e quando utilizada distâncias, da ponta fotoativadora, maiores que 20 mm. Não foi observado efeito do aumento da distância da ponta fotoativadora até 10 mm em amostras com espessuras menores que 2,5 mm, porém acima de 3mm de espessura observou-se uma redução no grau de conversão com o aumento da distância.

Leonard et al. (2002) compararam a eficiência de cura de três aparelhos fotopolimerizadores de diodo emissor de luz (LED) com um aparelho fotopolimerizador de quartzo-tungstênio-halogênio (QTH) através de ensaio de microdureza, ainda, avaliaram a densidade de potência e a emissão espectral de cada LED comparado ao QTH na extensão espectral de 380-520nm e 450-500nm. Foram feitos espécimes para 5 profundidades de cura combinado com a duração da exposição, tipo de resina (micropartícula e híbrida) e luz de cura (ZAP, Luma Cure, Versa Lux e Optilux 401). A maior emissão espectral do LED equiparou-se ao espectro de absorção do fotoiniciador canforquinona. O LED requer 39-61s para curar 2mm de resina híbrida e 83-131s para curar , adequadamente, a resina de micropartícula, já a unidade QTH necessita somente de 21 e 42s para curar adequadamente a resina híbrida e de micropartícula, respectivamente. Os autores concluíram que a primeira geração de LEDs necessita de duração de exposição

consideravelmente maior que o aparelho QTH para polimerizar adequadamente a resina híbrida e microhíbrida.

Martins et al. (2002) estudaram a influência da intensidade de luz de um aparelho de luz halógena e da cor da resina composta (A3, B3, C3,D3 e I) na dureza Knoop. Os resultados mostraram uma relação direta entre a intensidade de luz e a microdureza dos compósitos, os autores recomendam uma intensidade de luz acima de 450 mW/cm² ou progressiva com inicial de 100 mW/cm² e final de 800 mW/cm², sempre com o tempo de 40 s. A cor da resina composta não influenciou os valores de dureza superficial ao utilizar espessura de no máxima 2mm.

Neves et al. (2002) avaliaram a correlação entre grau de conversão (FTIR) e microdureza (Vickers) em resinas compostas indiretas e, o efeito do conteúdo de partículas inorgânicas e o tipo de unidade fotoativadora. Os resultados da microdureza, assim como os de grau de conversão variaram entre os materiais, mostrando uma forte correlação entre o grau de conversão e a microdureza. Observou-se também uma relação direta entre o conteúdo de partículas e a microdureza, porém o mesmo não aconteceu entre o grau de conversão e o conteúdo de carga. Com relação ao uso de diferentes aparelhos, houve variações entre o grau de conversão e a microdureza dependendo da unidade fotoativadora e da intensidade utilizadas.

Nomura et al. (2002) utilizaram análise térmica para mensurar as características das resinas dentais curadas com o uso de um novo equipamento ativado por LED. As características foram comparadas com aquelas resinas curadas com dois tipos de unidades de luz halógena convencional. As resinas foram fotopolimerizadas por 40s. Foi utilizada para análise a calorimetria diferencial por varredura (DSC) para avaliar as características térmicas da cura das resinas. Os

valores de energia de ativação para as espécimes curadas por LED foram maiores que 220 KJ/mol; as espécimes curadas pela unidade halógena apresentou energia de ativação menor de 192 KJ/mol. Também foi medida a dureza Knoop (KHN) das mesmas espécimes e apresentaram-se maiores para a unidade LED. No entanto, as resinas curadas com LED tiveram um maior grau de polimerização e maior estabilidade estrutural tridimensional que aquela curada com luz halógena.

Sideridou, Tserki e Papanastasiou (2002) tiveram por objetivo avaliar a influência da estrutura química dos dimetacrilatos (Bis-GMA, Bis-EMA, UDMA e TEGDMA) mais comumente utilizados na preparação dos compósitos dentais, através da análise de FTIR. Os autores utilizaram o método do quadrado não linear para permitir a acurácia do cálculo do grau de conversão e observaram que o dimetacrilato TEGDMA apresentou maior valor de grau de conversão seguido pelo UDMA e o BisGMA determinou menor valor de grau de conversão que o BisEMA e os demais dimetacrilatos.

Tarle et al. (2002) avaliaram o grau de conversão, por FTIR, e aumento da temperatura, com multimeter digital, de três diferentes compósitos fotopolimerizados por um LED experimental comparado à luz de plasma e halógena, foram utilizados os tempos de 20 e 40s. Os resultados não revelaram grande diferença entre os dois tempos utilizados para nenhuma das fontes, o grau de conversão foi significativamente maior quando utilizado a luz halógena e o aumento da temperatura foi significativamente menor quando utilizado o LED.

Yoon et al. (2002) realizaram um estudo que teve como objetivo determinar a efetividade da polimerização com luz LED e arco de plasma (PAC) comparado com a luz halógena convencional (QTH) através da espectroscopia de Infravermelho com transformada de fourie (FTIR). O tempo de irradiação variou de acordo com a

fonte utilizada afim de obter a mesma produção total de energia luminosa, o grau de conversão (GC) foi medido com FTIR e várias profundidades (1, 2, 3 e 4mm da superfície), e o GC obtidos para cada fonte foram comparados entre si. Os autores chegaram aos seguintes resultados: 1) o grau de conversão foi significativamente influenciado pelas três variedades de resinas, pela profundidade e pelo nível de energia da fonte de luz; 2) o grau de conversão determinado pelo PAC e LED não foi significativamente diferente do determinado pelo QTH e; 3) não houve diferença significativa entre as profundidades até 2mm, sendo que a partir de 3mm (1, 2 e 3mm) houve um aumento significativo do grau de conversão.

Asmussen e Peutzfeldt (2003a) compararam algumas propriedades da resina composta fotoativada por LED com as propriedades de fotoativada pela luz halógena. As resinas estudadas foram a Z250, Pertac II e a Definite (segundo o fabricante, não possui a canforoquinona como principal iniciador). As propriedades investigadas foram o módulo flexural, a profundidade de polimeização depois da irradiação, contração de polimerização e grau de conversão pelo método FTIR. Os resultados mostraram que as propriedades das resinas fotoativadas com LED foram semelhantes ou inferiores quando comparadas com as das resinas irradiadas pela luz halógena, embora, com relação ao módulo flexural e à profundidade de polimerização, as três resinas ativadas por todos os aparelhos estudados satisfizeram os requisitos das normas ISO.

Asmussen e Peutzfeldt (2003b) avaliaram a influência de dois passos de cura para um polímero a base de BisGMA/TEGDMA no grau de conversão (GC) e na dureza antes e após um dia de armazenamento em etanol. As espécimes foram pré-curadas com 25, 50, 100, 200 ou 400 mW/cm² para 10, 20 ou 40 s. A cura final bem como a cura do grupo controle foi curada com 750 mW/cm² por 20 s. O GC foi

determinado por FTIR e a dureza foi determinada pelo método Wallace. A dureza após o armazenamento em etanol não foi influenciada pelo método de cura. Exceto para a menor e as duas maiores densidades de energia de pré-cura, o modo de dois passos de cura resultou em polímeros que após o armazenamento em etanol foram amolecidos comparado ao grupo controle. Os autores concluíram que os dois passos de cura podem resultar em polímeros com maior suscetibilidade a ação do amolecimento por substâncias como comidas e bebidas.

Ernst *et al.* (2003) também obtiveram melhores resultados na profundidade de polimerização da resina Tetric Ceram (IVOCLAR VIVADENT), quando comparado aos obtidos com fontes halógenas e LED de geração anterior.

Porche (2003) comprovaram este mesmo efeito em oito resinas compostas diferentes, destacando ainda que a performance da nova geração de aparelhos LED demonstra potencial para substituir as tradicionais fontes halógenas.

Say *et al.* (2003) determinaram a resistência ao desgaste de cinco resinas (P-60, Solitaire2, Ariston AT, Tetric Ceram e Admira) e correlacionaram com valores de microdureza Vickers. A resina que sofreu menor desgaste foi a P-60, seguida por Solitaire 2, Ariston AT, Tetric Ceram e Admira. Quanto a microdureza a resina P60 apresentou os maiores valores e as demais apresentaram valores equivalentes. Foi encontrada uma correlação positiva entre dureza e conteúdo de partículas inorgânicas (aumentando a concentração das partículas aumenta o valor de dureza) e uma correlação inversa entre microdureza e o desgaste, ou seja, a resistência ao desgaste foi maior para as resinas com maior dureza.

Prince, Felix e Andreou (2004) avaliaram a performance de três fontes polimerizadoras (Optilux, Phase II e Sapphire-PAC) através do teste de dureza Knoop, utilizando cinco resinas (Helimolar, Virtuoso Sculptable, Herculite, Virtuoso

Flowable e Esthet-X), duas distâncias de irradiação da ponta da fonte de luz (2 e 9mm), sendo analisado o topo e a base da amostra. Foram utilizados tempos de irradiação de 3 a 60s e densidade de energia de 1,2 - 38J/cm². A análise de variância mostrou que todos os fatores analisados promoveram efeito significativo sobre a dureza. Os autores concluíram que é clinicamente relevante a distância da ponta da fonte de luz ao utilizar altas potências de luz de cura por 3 ou 5s, pois não houve liberação suficiente de energia para curar 1,6mm das espécimes das resina usadas neste estudo.

Ersoy et al.(2004) avaliaram a força flexural, módulo flexural, profundidade de polimerização, a microdureza e a contração de polimerização de resinas compostas condensáveis, híbridas e uma liberadora de íons. Os fatores que podem influenciar essas propriedades das resinas podem ser classificados em duas categorias: a natureza do material e os procedimentos utilizados. A natureza do material é determinada pelo tipo, peso e tamanho das partículas e formulação das resinas. Partículas inorgânicas incorporadas na matriz proporcionam propriedades mecânicas melhores, sendo assim, com o aumento, até certo limite, do peso das partículas espera-se melhorias nas propriedades. O segundo fator são os procedimentos de aplicação das resinas, que incluem técnicas de inserção em camadas e eficácia da luz podem influenciar na qualidade de polimerização e conseqüentemente afetar as propriedades e o desempenho clínico das resinas compostas. Compósitos com partículas mais duras e maiores possuem características de resistência maior e difícil polimento. A quantidade, o tamanho, a distribuição e as propriedades das partículas e da matriz resinosa influenciam na microdureza. Os materiais mais utilizados para dentes posteriores, normalmente apresentam maiores valores de dureza Vickers e relativamente maior valor de

resistência à compressão. As resinas podem ter uma adequada profundidade de polimerização e uma capacidade de ligação mais efetiva quando é utilizada a técnica incremental. A intensidade de luz, o tempo de irradiação e a composição do material (matriz, partículas, opacidade e cor) influenciam na profundidade de polimerização.

Knobloch et al. (2004) compararam a dureza Knoop em 0, 2 e 4mm de profundidade e grau de conversão determinado por meio da espectroscopia infravermelho FTIR para três resinas condensáveis uma microparticulada, uma microhíbrida e uma indireta. As resinas com maior quantidade de partículas mostraram maior grau de conversão e melhores valores de dureza, ou seja, materiais com maior quantidade de partículas inorgânicas exibem melhoras nas propriedades mecânicas. Porém conforme aumenta a espessura do material diminui a transmissão de luz e com isso há redução da dureza e do grau de conversão. O trabalho mostrou correlação entre os valores de microdureza e o grau de conversão, ou seja, conforme aumentou a espessura da resina diminuíram tanto os valores de microdureza como os de grau de conversão.

Soh et al. (2004) compararam o grau de conversão de uma resina composta fotoativada por diferentes fontes de luz com diferentes modos de ativação (convencional, exponencial, pulso-espera, turbo e “soft start”), sendo dois LEDs (Elipar Freelight e GC e-Light) e dois de luz halógena: um de alta intensidade (Elipar TriLight) e um de muito alta intensidade (Astralis), e tendo como controle um aparelho de luz halógena convencional (Max). A espectroscopia Raman foi utilizada para determinar o grau de conversão na superfície e no fundo de amostras de 2 mm de espessura de resina composta. Os resultados não mostraram diferença significativa entre os modos de fotoativação estudados e o controle.

Bala, Ölmez e Kalayci (2005) compararam a efetividade de dois aparelhos fotoativadores por meio do grau de conversão utilizando espectroscopia de absorção na região do infravermelho. Foram utilizadas amostras de diferentes resinas compostas (duas híbridas, quatro condensáveis e uma com base cerâmica) e depois fotoativadas por 40 segundos com um aparelho de luz halógena (Hilux Ultra Plus) e um LED (Elipar Freelig). Com exceção da Surefil e da Z250 que não mostraram diferença significativa entre ser fotoativada com LED ou com a luz halógena, para as outras resinas o LED utilizado tem energia suficiente para polimerizar até 2 mm com um tempo de 40 segundos sendo superior ao aparelho de luz halógena.

Cavalcante et al. (2005) avaliou os efeitos dos enxaguatórios orais na dureza Knoop das resinas compostas (TPH) em diferentes tempos de leitura. Foi utilizada a resina TPH e fotopolimerizado pela fonte de luz halógena (XL500-3M) por 40seg, com potência de 400mW/cm^2 , foram utilizadas os 20ml de enxaguatório Listerine, Reach, Plax e Periogard com 2 minutos de agitação duas vezes ao dia (12/12h) durante 14 dias e armazenada em água destilada. As leituras de microdureza foram realizadas após 1 hora, 1, 7 e 14 dias. Os resultados mostraram diferença estatística entre Plax e Listerine, após 14 dias, e houve diferença significativa para 24h em todas as condições experimentais, diferença esta maior quando comparada com os demais tempos. Através dos resultados os autores concluíram que o álcool presente nos enxaguatórios e seu pH podem afetar negativamente a resina.

Lindberg et al. (2005) avaliaram a profundidade de polimerização de uma resina universal polimerizada com diferentes unidades de luz halógena e LED em três diferentes tempos de exposição e distância da ponta-resina. Foi utilizada a resina Tetric Ceram (cor A3), polimerizadas nos tempos de 20 e 40 segundos, nas distâncias ponta-resina de 0, 3 e 6 mm, com as fontes de luz halógena de pulso

contínuo (Demetrom 2000 e Australis 7), LED (Luxomax e Ultralume 2), luz halógena de pulso (Bisco VIP), luz halógena “soft star” (Elipar Trilight). Foi realizada análise de dureza Wallace nas profundidades de: 0,5; 1; 1,5; 2; 2,5; 3; 3,5; 4. Para todas as fontes, aumentando o tempo de exposição do LED houve um aumento significativo na profundidade de cura, aumentando a distância entre a ponta da fonte e resina reduziu significativamente a profundidade de cura. O aparelho Luxomax obteve menor profundidade de cura e o aparelho Australis 7 obteve maior profundidade de cura. Com base nos resultados os autores concluíram que todas as unidades estudadas foram capazes de polimerizar mais que o recomendado, 2mm de profundidade e a distância de 6mm da ponta-resina, e com 20 segundos a cura foi baixa. Os autores afirmam que, para esta resina testada, o tempo indicado para cura pode ser reduzido de 60s para 40s e a espessura do incremento pode aumentar de 2 para 3,5mm.

Lohbauer et al. (2005) investigaram o efeito de diferentes fontes (luz halógena, arco de plasma e LED) e modos de irradiação na resistência mecânica à fadiga e grau de conversão da resina composta. Foram testadas a resistência à fratura (FS), limite de fadiga flexural (FFL), grau de conversão (GC) através da espectroscopia de infravermelho com transformada de Fourier (FTIR) com equipamento de reflectância interna micromúltipla. As espécimes foram armazenadas a 37°C à seco por 14 dias. Os resultados mostraram que o FS, FFL e o GC foram maiores para os aparelhos com alta energia de cura e para os intervalos de cura extensos. A luz halógena convencional exibiu a profundidade de cura mais homogênea com uma baixa resistência mecânica abaixo do ciclo de fadiga. Os autores afirmam que o limite de fadiga flexural e a eficiência de cura correlata

diminuiu a resistência mecânica devido ao intervalo de luz de cura ou intensidade de luz insuficientes.

Nakfoor et al., 2005, foi realizado um estudo comparando seis tipos de aparelhos LEDs com uma de luz halógena convencional. Os autores não encontraram diferença na contração de polimerização de resinas microhíbridas fotoativadas tanto com LED como luz halógena. Porém a resina híbrida mostrou menor contração de polimerização quando fotoativada com a luz halógena. Todos os aparelhos LEDs estudados mostraram valores de dureza Knoop menores do que os obtidos com luz halógena tanto na superfície como na face oposta das amostras de resina.

Neumann et al. (2005) correlacionaram a absorção de luz dos fotoiniciadores dentais com o espectro de emissão de luz dos aparelhos fotopolimerizadores. O valor espectral dos aparelhos fotopolimerizadores e dos fotoiniciadores dentais usados para definir a eficiência de absorção fotônica (PAE). Este parâmetro pode ser usado para identificar a melhor performance para o processo fotoquímico. A eficiência dos dois LEDs e do QTH foi testada comparando sua performance com o fotoiniciadores canforoquinona (CQ); fenilpropanodiona(PPD); óxido monoalquilfosfato (Luricin TPO-MAPO) e óxido bisalquilfosfato (Ilgarcure 819-BAPO). A CQ exibiu um espectro de absorção na região da luz azul, contudo o máximo do PPD, MAPO e BAPO foi na região do UV-A. A potência máxima dos aparelhos foram de 467nm-Ultraled, 454nm-Ultraled I e 493nm-Optilux 401 e o total de densidade de potência foi de 170 ± 1 , 470 ± 4 e 444 ± 4 mW/cm², respectivamente. Para os autores o uso do PAE permitiu produzir a maior eficiência do sistema fotoiniciador/polimerizador. Para similar concentração de fotoiniciador, Luricin e CQ são fotoiniciadores mais eficientes utilizando a unidade QTH, e utilizando a fonte

LED de alta potência o fotoiniciador Igarcure obteve a maior eficiência, e o fotoiniciador PPD obteve igual eficiência com ambas as fontes.

Peutzfeldt e Asmussen (2005) avaliaram uma resina convencional que foi fotoativada com luz halógena utilizando 3 energias (4, 8 e 16 mJ/cm²) com 6 combinações de intensidade (50, 100, 200, 400 e 800 mW/cm²) e tempo de duração. O grau de conversão, a força e o módulo flexural aumentaram com o aumento da energia. Longos tempos de ativação com uma intensidade, a uma dada energia, levam a um maior grau de conversão do que a altas intensidades por curtos tempos e são altamente influenciadas pelo grau de ligações cruzadas. Não apenas a energia, mas também a intensidade tem uma significativa influência nas propriedades da resina composta.

Filipov e Vladimirov (2006) realizaram um trabalho com objetivo de determinar a quantidade de monômero residual na polimerização de uma resina composta com diferentes fontes de luz, sendo estas com diferentes intensidades e espectros de radiação. Foram utilizadas as fontes: Halógena (440mW/cm²)/ 40s, LED (88mw/cm²) / 40s e PAC (1239mW/cm²) / 5s , as espécimes foram armazenadas em etanol 96% por 24 horas para a avaliação da quantidade de monômero residual presente na solução. Os resultados mostraram que a fonte QTH resultou em menor quantidade de monômero residual, a fonte PAC por possuir a intensidade de luz muito alta deve ser utilizado pulsos de curta duração para que não ocorra deterioração do material e a fonte de luz LED, apesar de possuir o melhor espectro de radiação, necessita de aumentar a intensidade da luz pois apresentou maior quantidade de monômeros residuais.

Hasler, Zimmerli e Lussi (2006) realizaram um estudo com a finalidade de comparar a capacidade de polimerização dos compósitos: TPH, Ceram X e Tetric

Ceram, em cavidades Classe II de 6mm de profundidade comparando a eficiência da fonte SmartLite PS (LED) e uma halógena convencional (Spectrum 800). Foram utilizados terceiros molares humanos, extraídos, para confecção das cavidades, foram inseridos incrementos de 2mm cada até preenchimento, após a confecção da restauração feito o seccionamento da mesma de 2 em 2mm na direção da profundidade. Foi realizado teste de dureza Knoop, após 7 dias, nas profundidades de 100, 200, 500, 1000, 1500, 2500, 3500, 4500 e 5500 μm e na sequência foi calculado o grau de polimerização através da área abaixo da curva de dureza. Os resultados mostraram que no topo de cada incremento (500, 2500, 4500 μm) a dureza foi maior que na base (1500, 3500 e 5500 μm), o maior tempo de exposição promoveu maior dureza, a resina TPH obteve grau de polimerização satisfatório em todos os tempos, a regressão linear múltipla mostrou uma associação significativa entre o grau de polimerização e o tempo de cura/compósito e ainda os autores afirmam que não há diferença significativa de grau de polimerização entre o LED e a luz halógena.

Ramp L.C., Broome e Ramp M.H. (2006) mensuraram e compararam resistência ao desgaste e dureza Vickers nas profundidade de 0 e 2 mm em duas resinas compostas curadas com LED de baixa irradiação ou fonte de luz halógena. O tempo de exposição com o LED foi aumentada para equivaler a radiação exposta no comprimento de onda de 450-490 nm. Os resultados não mostraram diferença significativa na dureza do topo e da base e entre os métodos de polimerização (LED e halógena), a resina Z100 polimerizada com a luz LED demonstrou dureza estatisticamente maior que a outra. Os autores constataram que para uma mesma densidade de energia, a fotoativação com um novo fotopolimerizador LED (Elipar Freelight 2, 3M/ESPE) produziu resultados similares à fonte halógena (VIP, BISCO)

quanto à profundidade de polimerização e ao desgaste das resinas compostas Z100 (3M/ESPE) e Esthet X (Dentsply).

Venturini et al. (2006) avaliaram o efeito do polimento superficial imediato e tardio na microdureza e na microinfiltração em resina microhíbrida (Filtek A110) e híbrida (Filtek Z250). Foram utilizados três diferentes sistemas de polimento: SofLex, Flexicus e Flexicups + borracha de polimento Jiffy + Flexibuffs. Os espécimes do 1º. grupo foram armazenados em saliva à 37°C por 3 semanas, do 2º. grupo foram armazenados por 2 semanas e o controle foi analisado sem polimento. Para ambos os compósitos a técnica sequencial de polimento tardio influenciou na rugosidade (Ra). O sistema Flexicups apresentou a maior Ra dos três sistemas analisados. O grupo imediato e Z250 mostraram maior dureza que os grupos tardios e A110. A margem da dentina mostrou maior infiltração que a margem do esmalte. A técnica sequencial produziu maior infiltração na dentina que as demais técnicas e o polimento tardio não foi significativo. Os autores concluíram que houve uma influência significativa de todos os fatores (compósito, tempo e técnicas de polimento) na rugosidade superficial, dureza e microinfiltração. Em geral, o polimento imediato não produz efeito danoso comparado ao tardio.

Rode, Kawano e Turbino (2007) avaliaram o grau de conversão e a microdureza de uma resina composta híbrida (Filtek Z250) fotopolimerizada com diferentes fontes de luz (LED, halógena e arco de plasma) e variando a distância entre a fonte de luz e a superfície da resina composta. Foi observado que a luz halógena não determinou diferença estatística entre as distâncias estudadas (0, 3, 6 e 9 mm) para nenhuma das espessuras utilizadas (1, 2, 3 e 4 mm), no entanto, para luz LED nas distâncias de 6mm e 9mm originou uma diminuição no grau de conversão para as espessuras de incrementos de 3 e 4mm. Os autores consideram

essa diferença nos resultados das diferentes fontes, nas diferentes distâncias e espessuras, poderia ser explicadas pelo comportamento de cada material e de cada sistema de fotoativação, em relação às condições de polimerização, além disso os autores afirmam que há uma forte correlação entre o grau de conversão e a microdureza.

Santos et al. (2007) avaliou a profundidade de cura obtida com fonte de luz LED e QTH através dos testes de microdureza e espectroscopia Raman, tal estudo utilizou apenas a resina Z250 (híbrida) e analisou as profundidades de 0, 1, 2, 3, 4 e 5 mm, os resultados mostraram que houve uma diminuição gradual da microdureza a partir de 4mm de profundidade quando polimerizadas com a luz halógena e esta diminuição foi maior ainda quando polimerizada com a luz LED (a partir de 2 para 3mm) ainda neste. Foi observado uma forte linearidade entre o grau de conversão e a microdureza, os autores acreditam que a massa de compósito promove espalhamento da luz nas profundidades menores explicando assim o maior grau de conversão e microdureza para as amostras curadas com QTH quando comparado com o LED.

Soares, Liporoni e Martin (2007) utilizaram espectroscopia RAMAN para avaliar o grau de conversão da resina Charisma fotopolimerizada por três diferentes fontes de luz: LED- LD13 (com ponta transparente e com ponta de fibra óptica) e Rádii, Halógena - Degulux , nos modos “soft start” e protocolo normal, foram analisados o topo e a base dos espécimes. O grau de conversão no topo ficou entre 50% à 60 % e na base ficou entre 46% e 58%. Os autores mostraram que a luz halógena e o LED de alta potência (Rádii) nos modos “soft start” e protocolo normal produziram elevado grau de conversão do compósito. A cura com o LED de baixa potência (LD13) não produziu grau de conversão adequado na profundidade de

2,5mm e o tipo de guia de luz das fontes não determinaram diferença estatisticamente significativa no grau de conversão final do compósito.

Araujo et al. (2008) investigaram a influência dos métodos de cura, cor do compósito e profundidade de cura na microdureza Knoop do compósito híbrido Filtek e Z100. Foram preparados espécimes de 4mm de profundidade na cor A1 e C2, foram utilizadas as fontes halógena (Gnatus) e LED (LEC470 II- MMOptic), sendo o LED utilizado nos tempos de 40 e 60 s. Os três fatores testados influenciaram significativamente a dureza do compósito. Todos os grupos testados obtiveram dureza similar no primeiro milímetro, exceto para o compósito na cor C2 polimerizado com LED por 40s. A dureza diminuiu com a profundidade, especialmente para a cor C2/LED/40s. Os autores afirmam que o método de cura incluindo a variação de tempo, profundidade de cura e a cor do compósito influenciou na microdureza.

Calheiros et al. (2008) verificaram a influência da exposição de radiação (H) no grau de conversão (GC) e nas propriedades mecânicas (resistência flexural – FS, módulo flexural – FM e na microdureza Knoop – KHN) do compósito experimental. Os espécimes foram fotoativados com 3, 6, 12, 24 ou 48 J/cm². Não foi detectado diferença no GC entre o topo e a base, GC/base, FM e KHN/topo mostraram diferença significativa para todos os níveis de H, KHN/base foi similar entre 3 e 6 J/cm², por meio da regressão linear observou-se que a KHN aumentou exponencialmente para o topo e linearmente para a base em relação ao GC. Os autores afirmam que o grau de conversão e as propriedades mecânicas aumentaram com a exposição de radiação e as variáveis mantiveram niveladas apesar do auto nível de radiação.

Torno et al. (2008) avaliaram o efeito da irradiação, comprimento de onda da emissão de luz e do calor gerado de diferentes fontes de luz na microdureza Knoop e Vickers de uma resina híbrida (Charisma). Os espécimes foram irradiados por 40s por 10 diferentes fontes: Ultrabue IS, Ultrablue, Ultraled XP, Ultraled, Optilight LD III, Optilux 501, Optilux 501 Turbo tip, LE Demetron I, Elipar Freelight 2 e Radii. Os resultados mostraram que a dureza superficial das resinas não dependem somente da irradiação mas da fonte de luz, comprimento de onda emitido e da temperatura da unidade de luz. Foi observada uma correlação linear entre o grau de conversão e a radiação exposta. Os autores afirmam que somente a dureza superficial do topo de 80-90% não avalia apropriadamente a eficiência de cura dos compósitos uma vez que a área do topo não é sempre polimerizada suficientemente.

Vanderwalle, Roberts e Rueggeberg (2008) avaliaram a influência do tipo de guia de luz na distribuição da emissão pelo LED e mediram o efeito da dispersão na microdureza superficial do topo e da base de 2 tipos de compósitos (Z100 e A110). Foi utilizado um laser analisador para avaliar a distribuição da luz através da superfície distal e um guia de luz turbo para a luz LED. O guia de luz turbo obteve a distribuição de luz mais uniforme. A resina microparticulada apresentou diferença significativa na dureza entre a superfície do topo e a base, não foi encontrado diferença significativa entre os dois tipos de guias de luz, a resina híbrida apresentou diferença significativa na dureza entre as superfícies e os tipos de guia de luz. Os autores sugerem que o guia de luz padrão produziu uma distribuição luz mais homogênea através dos espécimes. A dureza superficial dos compostos mostrou-se coerente com o perfil de distribuição de irradiação aplicada, sendo maior a dureza nos locais de maior irradiação para ambas as superfícies.

3 PROPOSIÇÃO

O presente trabalho teve por objetivo avaliar a microdureza Vickers e o grau de conversão por espectroscopia Raman de diferentes resinas compostas fotopolimerizáveis em função da profundidade, fonte de luz (luz Halógena e LED) e diferentes enxaguatórios bucais.

4 MATERIAIS E MÉTODOS

Os compósitos utilizados neste estudo foram da cor A2 e suas principais características estão descritas na Quadro 1.

Quadro 1 – Compósitos utilizados no estudo

Material	Matriz Orgânica	Carga Inorgânica	Tipo partículas	Fabricante	Lote
CHARISMA®	30%(68%Bis-GMA, 32%TEGDMA)*	Vidro de bário alumínio fluoretado Dióxido de silício 60-70%vol.	Micro-híbrida (0,7 µm)	Heraeus/Kulzer	10212
Z100®	29%(50%Bis-GMA, 50% TEGDMA)*	71%(ZrO ₂ /SiO ₂) do volume	Híbrida (4,5 µm)	3M/ESPE (St. Paul, MN, EUA)	8004
FILTEK™ SUPREME XT®	Bis-GMA, UDMA, TEGDMA e BIS-EMA*	59,5%(ZrO ₂ /SiO ₂) do volume	Nanopartículas (5-20nm)	3M/ESPE (St. Paul, MN, EUA)	3910

*Informações do fabricante

As fontes de luz utilizadas para polimerização dos materiais estão descritas na Quadro 2.

Quadro 2 – Fontes de Luz utilizadas no estudo

Fonte de luz	Comprimento de onda	Fabricante
Halógena	400 a 500 nm*	Ultralux® (Dabi Atlante-Brasil)
Diiodo emissor De luz	450 a 480 nm*	Ultraled® (DabiAtlante-Brasil)

*Informações do fabricante

As soluções utilizadas para o armazenamento estão apresentadas no Quadro 3, a seguir:

Quadro 3 – Soluções utilizadas no armazenamento dos corpos-de-prova

Solução	Composição	pH	Fabricante	Lote
Saliva artificial	pectina (1,0 g), colesterol (0,1 g), uréia (0,5 g), glicose (0,2 g), bicarbonato de sódio (0,1 g), cloreto de sódio (0,8 g), fosfato monossódico/H ₂ O (0,5 g), sulfato de amônio (0,3 g), soro sangüíneo (10,0 ml), água q.s.p. (1 litro).	7	Faculdade de Ciências Farmacêuticas de Ribeirão Preto, da Universidade de São Paulo.	
Cepacol [®]	Cloreto de Cetilpiridínio (0,5mg); mentol(0,1mg);álcool etílico 96°GL (14,5%); glicerina, edetato dissódico, eucaliptol; essência de canela da china; salicilato de metili; óleo de menta; polisorbato 80; sacarina sódica; fosfatomonosódico anidro, fosfatodissódico anidro, corante azul patente; corante amarelo tartrazina e água purificada.	7,46	Hoechst-M-Roussel	309633
Listerine [®]	Álcool (21,6%),eucaliptol (0,092%), mentol(0,042%), salicilato de metila (0,06%), timol(0,064%); água; solução de sorbitol; aromatizante; poloxamer 407, sacarina sódica, ácido benzóico, cloreto de zinco; benzoato de sódio e FD&C azul nº1	4,3	Warner Lambert	401334

4.1 Planejamento Experimental

Para análise das variáveis (microdureza e grau de conversão) foi realizado teste piloto para o aprimoramento na confecção dos corpos-de-prova, adestramento na técnica dos ensaios e para obter o controle dos fatores não interessantes para este estudo, além de determinar os fatores com seus diferentes níveis.

Para a execução da metodologia deste trabalho foram tomados alguns cuidados para evitar que vários fatores pudessem influenciar na polimerização do material e o teste de análise utilizado.

Os fatores estão agrupados e representados pelas siglas, respectivamente:

FATOR RESINA (M), com três níveis:

M₁- Charisma[®]

M₂- Z100[®]

M₃- Filtek Supreme[®]

FATOR FONTE DE LUZ (F), com dois níveis:

F₁- Luz Halógena (QTH)

F₂- Diodo Emissor de Luz (LED)

FATOR PROFUNDIDADE (P), com três níveis:

P₁ – 0-2mm

P₂ – 2-4mm

P₃ – 4-6mm

FATOR SOLUÇÃO (S), com três níveis:

S₁ – saliva artificial

S₂ – solução anti-séptica Listerine[®] (com maior concentração alcoólica)

S₃ - solução anti-séptica Cepacol[®] (com menor concentração alcoólica)

4.2 Planejamento Estatístico

O teste piloto permitiu determinar, para o estudo da variável microdureza, a confecção de 07 corpos-de-prova para cada condição experimental e a realização de três medidas para cada uma das três profundidades estabelecidas (0-2mm, 2-

4mm, 4-6mm) obtendo-se 09 leituras por corpo-de-prova, totalizando 1134 leituras. O modelo fatorial para o estudo de cada uma das resinas, respectivamente, foi 02 x 03 x 03; e para a análise de comportamento comparativo das resinas (profundidade = 0-2mm), o modelo fatorial foi 03 x 02 x 03. Para a análise estatística foram utilizados os testes de normalidade, análise de variância - ANOVA e teste complementar de Tukey.

O teste piloto para análise do grau de conversão definiu o sorteio de corpos-de-prova para cada condição experimental (Resina x Fonte de Luz x Profundidade x Solução), dentre os utilizados no teste de microdureza.

4.3 Confeção dos corpos-de-prova

Foram confeccionados a partir de uma matriz de teflon formada por dois dispositivos: o primeiro contendo uma cavidade de 02 x 04 x 06cm e apresenta uma base arredondada; o segundo contém uma superfície lisa e plana (figura 1) a qual é contraposta ao outro dispositivo contendo a cavidade (figura 2).

Figura 1- Matriz de teflon para confecção dos corpos-de-prova

Figura 2- Matriz de teflon fechada

A resina foi introduzida e condensada em camadas incrementais de 2mm cada, para cada um dos dois tipos de fonte uma de luz quartzo-tungstênio-halogênio (QTH) e outra de diodo emissor de luz (LED). A densidade de potência do aparelho de luz Halógena - 350 a 500 mw/cm^2 , foi verificada por um radiômetro comercial (Curing Radiômeter Model 100/Demetron Research Corp.) (Figura 3) e a potência do aparelho LED - 200 a 570 mW/cm^2 , por meio de um radiômetro comercial específico para LEDs (Radiômetro RD-7/ ECEL ind. & com. LTDA, Ribeirão Preto-SP-BR) (Figura 4). Estas aferições foram realizadas imediatamente antes do uso do aparelho. No momento da polimerização optou-se por fixar uma altura de 5mm de distância da ponta da fonte de luz até a abertura da matriz (RODE; KAWANO; TURBINO, 2007), para isso foi utilizado uma película de vidro com 5mm de largura, o que não interferiu na passagem da luz. Portanto as amostras foram fotopolimerizadas sempre pela abertura da cavidade, distância de 5mm da abertura da matriz controlada por um dispositivo de vidro medindo 5X5mm com os aparelhos fotopolimerizadores (figuras 3 e 4) utilizados, de acordo com o tempo determinado

pelos fabricantes das respectivas resinas, até o total preenchimento da cavidade da matriz de teflon (figura 1 e 2).

Figura 3 – Fotopolimerizador de Luz Halógena (Utralux/Dabiatlante - SP/BR)

Figura 4 – Fotopolimerizador de Diodo Emisor de Luz (Ultraled/Dabiatlante - SP/BR)

4.4 Armazenamento dos corpos-de-prova

Após a polimerização, os corpos-de-prova foram armazenados em estufa com temperatura controlada $37^{\circ}\pm 1^{\circ}\text{C}$, em recipientes de plástico - Ependorfs de 1,5ml de volume, onde foram imersos em saliva artificial até o momento de serem submetidos às agitações com diferentes soluções antissépticas por um minuto a cada seis horas três vezes no dia, no período de 24 horas .

4.5 Análise de microdureza

Após 24 horas de armazenamento os corpos-de-prova foram submetidos ao polimento superficial com discos de lixas SofLex-3M na seqüência de abrasividade decrescente, obtendo uma superfície lisa e paralela ao plano horizontal. Após este procedimento foi realizado o ensaio de microdureza Vickers (kg/cm^3) com o microdurômetro Shimadzu HMV-200, Japão (figura 5 e 6), cujos parâmetros de calibração foram 4,9N de carga por 5s de tempo, de acordo com as especificações do fabricante do aparelho. Foram obtidos três leituras para cada profundidade, isto é, nove leituras de microdureza para cada corpo-de-prova.

Figura 5 – Microdurômetro

Figura 6 – Ponta analisadora de microdureza Vickers

4.6 Espectroscopia de Espalhamento Raman (Micro Raman)

Considerando os resultados obtidos no teste piloto, optou-se pela utilização de um único corpo-de-prova para cada condição experimental, conforme metodologia preconizada pelo Laboratório de Materiais Luminescentes do Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto da Universidade de São Paulo. Uma vez sorteados, os corpos-de-prova dentre as amostras utilizadas no ensaio de microdureza, os mesmos foram seccionados em três partes por um disco diamantado dupla face (KG/Sorensen) (Figura 7), dividindo-os nas 03 profundidades das analisadas pelo teste de microdureza (0-2mm, 2-4mm, 4-6mm) (Figura 8).

Figura 7- Disco diamantado KG/Sorensen para corte fino

Figura 8 - Corpo-de-prova dividido nas três profundidades com disco diamantado KG

Os espectros Raman das resinas utilizadas neste trabalho foram obtidos através do Aparelho de Micro Raman Instruments S.A. / Jobin Yvon – Spex (Groupe Horiba, Longjumeau Cedex / France) sistema T64000 (figura 9), que consiste de um monocromador com três grades de difração. As duas primeiras grades filtram a luz espalhada elasticamente deixando somente a luz espalhada inelasticamente chegar na terceira grade que separa as linhas espectrais (sinal Raman). O sinal é então detectado através de uma câmara CCD (Spectrum One da Jobin Yvon) a qual é resfriada com nitrogênio líquido. Para a excitação das amostras é usado um laser de Argônio (Spectra-Physics) operando em linha espectral de 488 nm. O feixe laser, não polarizado, foi focalizado através de um microscópio (Olimpus BX40) e a potência utilizada foi de 200mW na amostra. As amostras foram analisadas na configuração de “backscattering”. Ou seja, o feixe laser e o sinal Raman formavam ângulo de 90 graus com a superfície da amostra. Finalmente, a coleta de dados foi feita com o auxílio de um Software Spectra Max.

Figura 9 – Aparelho de Micro Raman Instruments S.A. / Jobin Yvon – Spex (Groupe Horiba, Longjumeau Cedex / France) sistema T64000

Os Parâmetros utilizados para o teste foram 15 segundos de aquisição por 30 vezes, para cada amostra, com a finalidade de minimizar os ruídos do espectro.

Cada resina foi dispensada no compartimento adequado da cela de teste, apoiado sobre uma lâmina de vidro para microscopia. Foi utilizado um corpo-de-prova para cada condição experimental (total = 54).

Também foi realizada a análise da resina não polimerizada, que serviu como padrão no cálculo do percentual de grau de conversão.

Os dados de Micro-Raman foram coletados, armazenados e transformados em espectros com o auxílio do software ORIGIN versão 6.0 (Thermo Nicolet Inc.). Na análise do espectro foi considerado o intervalo de 1680 a 1580 cm^{-1} , para a observação dos sinais em 1610 cm^{-1} e 1640 cm^{-1} , respectivamente.

4.6.1 Cálculo do Grau de Conversão

O grau de conversão e os parâmetros de cinética da polimerização foram calculados a partir dos espectros para cada amostra, por meio de métodos padrões previamente descritos na literatura (SVENDSEN, 1978; FERRACANE; GREENER, 1984; RUEGGERBERG; HASHINGER; FAIRHURST, 1990; RUYTER). Para o cálculo do grau de conversão, é calculada a diferença na razão dos picos de absorção de ligações carbônicas C=C, que aparece em 1636 cm^{-1} e C-C, banda que aparece em 1608 cm^{-1} , representando os estados não polimerizado e polimerizado respectivamente (fórmula 1). O grau de conversão é expresso em porcentagem e significa a quantidade de monômero que foi transformada em polímero, como mostra a fórmula a seguir:

$$GC (\%) = 100 \times \{1 - (R_{\text{polimerizada}} - R_{\text{não polimerizada}})\}$$

Fórmula 1 – Cálculo do grau de conversão (GC), onde R = altura da banda em 1639cm⁻¹/ altura da banda em 1609cm⁻¹ (Pianelli et al, 1999).

5 RESULTADOS

5.1 Microdureza

Foi realizado o teste de microdureza e obtidos os seguintes resultados:

Tabela 1 - Resultados de microdureza para todas as condições experimentais

			P1			P2			P3		
			S1	S2	S3	S1	S2	S3	S1	S2	S3
M1	F1	R1	74.3	71.6	73.9	71.2	64	68.7	76.6	62.2	69.2
		R2	68	62.5	63.5	74.1	58.8	63.9	68.9	65.4	60.9
		R3	45.3	63.9	60.2	49.4	63.7	60.5	55.9	65.4	64.4
		R4	65	63.6	66.3	68.8	66.9	60.6	59	57	60.8
		R5	73.8	74.2	71.1	62.8	70.6	56.5	48.3	66.3	59.4
		R6	59	60	66.9	51.2	56.3	67.5	50.3	52.6	60.6
		R7	63.6	68.6	67	61.5	63.5	64.4	64.7	65.5	63.5
	F2	R1	83.9	68.6	78.7	78.3	72.8	80.4	78.2	63.6	85.5
		R2	83	65.4	87.1	78.6	61.5	78.3	84	66.4	80.7
		R3	77.4	60.6	98.6	73.8	62.1	84.5	60.8	52.9	86.9
		R4	79.7	62.9	84.4	83	60.2	88.5	74.8	53.8	82.6
		R5	71.4	66.6	86.2	76.9	67.6	76.2	85.7	62.2	78.3
		R6	75.8	66.6	78.6	77.5	62.8	76.4	69.5	62.1	71.6
		R7	70.3	67.6	86.6	78	62.3	72.4	82.2	60.7	75.7
M2	F1	R1	113	123	145	110	128	148	124	136	143
		R2	119	137	153	129	140	147	126	126	138
		R3	130	143	144	137	161	127	130	135	139
		R4	137	134	142	140	130	144	136	131	146
		R5	137	146	151	142	146	141	126	138	138
		R6	141	139	166	136	134	168	135	125	168
		R7	151	131	162	131	129	168	138	137	161
	F2	R1	135	147	190	133	168	163	129	128	187
		R2	143	131	185	143	125	165	156	130	167
		R3	127	142	163	158	138	171	147	134	162
		R4	144	148	167	136	143	175	138	132	175
		R5	160	133	152	148	140	140	138	132	178
		R6	141	138	177	137	136	176	143	141	174
		R7	152	147	166	148	126	175	145	141	196
M3	F1	R1	103	97.3	111	99.6	117	102	98.9	103	107
		R2	99.6	94.2	117	93.3	92.6	115	101	88.6	110
		R3	108	99.5	112	116	98.3	112	110	99.8	119
		R4	111	104	122	100	99	128	97	96.9	111
		R5	96.2	107	115	97.6	93.3	105	93.6	102	112
		R6	97.2	111	111	99	98.1	110	95.9	99.6	100
		R7	103	105	118	99.6	113	107	98.9	111	110
	F2	R1	115	103	119	114	98.1	140	114	105	119
		R2	110	113	139	93.8	100	121	102	101	126
		R3	99.3	106	122	101	98	106	107	94.1	120
		R4	110	95.6	118	104	89.5	123	99.6	93.4	115
		R5	96.2	101	129	98.1	101	130	95.8	94.3	119
		R6	122	87.5	113	106	96.4	117	105	94	121
		R7	102	98.6	119	99.4	101	105	98.6	97.8	117

Legenda: P1= profundidade de 0-2mm
P2= profundidade de 2-4mm
P3= profundidade de 4-6mm
S1= solução Saliva
S2= solução Listerine
S3= solução Cepacol
M1= resina Charisma
M2= resina Z100
M3= resina Filtek Supreme
F1= fotopolimerizador de diodo emissor de luz (LED)
F2= fotopolimerizador de luz halógena (QTH)
R= número de repetições

Os resultados foram submetidos à análise estatística através do programa GMC, software desenvolvido na Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto-USP. Foi realizado teste de normalidade, e sendo a distribuição amostral normal foi utilizado o teste paramétrico ANOVA o que demonstrou significância ($p=0,5$) e o teste complementar de Tukey para determinar as diferenças estatisticamente significantes entre os valores médios de microdureza.

A análise estatística foi dividida nas seguintes etapas:

1) Foram analisados os resultados obtidos pela ação dos fatores Solução, Fonte e Profundidade para cada resina separadamente.

2) Análise estatística comparativa de microdureza entre as resinas estudadas e os fatores Solução e Fonte.

Estes resultados analisados são apresentados a seguir:

5.1.1 Resina Charisma

Para a resina Charisma foi realizada análise estatística, para os fatores Fonte, Profundidade e Solução.

Observou-se que os fatores Solução, Fonte e Profundidade tiveram efeitos estatisticamente significantes sobre a microdureza desta resina, assim como as interações Fonte x Solução e Profundidade x Fonte. (Tabela 2)

Tabela 2 - Análise de variância para resina Charisma

Fonte de Variação	Soma de Quadr.	G.L	Quadrados Médios	(F)	Prob. (HO)
Solução	1869.7262	2	934.8631	12.67	0.0180%
Fonte	3466.7261	1	3466.7261	46.98	0.0004%
Interação FXS	1974.8453	2	987.4227	13.38	0.0137%
Resíduo I	2656.7441	36	73.7984		
Profundidade	357.2500	2	178.6250	8.01	0.1040%
Interação PXS	77.2381	4	19.3095	0.87	49.0880%
Interação PXF	1.9406	2	0.9703	0.04	4.2400%
Resíduo II	1606.4434	72	22.3117		
Variação total	12040.4375	125			

*p ≤ 0,5

Isto significa que para:

a) Fator Solução

Analisando a tabela 3 de médias de microdureza para o fator Solução, observou-se que S2(Listerine) determinou menor média que as soluções S1(Saliva) e S3(Cepacol), que por sua vez foram estatisticamente iguais entre si. Foi confeccionado o Gráfico que consta na Figura 10.

Tabelas 3 – Médias de microdureza (VHN) para o fator Solução

S1-Saliva	S2-Listerine	S3-Cepacol
69.6 b	63.6 a	72.9 b

*Valor crítico de Tukey: 4,5
dp ± 1,3

Figura 10 – Gráfico de médias de microdureza para o fator Solução

b) Fator Fonte

O fator Fonte teve efeito significativo sobre a microdureza da resina em estudo, que de acordo com a Tabela 4, a Luz halógena – QTH determinou maior média de microdureza que o LED. Esta diferença é ilustrada na Figura 11.

Tabela 4 - Médias de microdureza (VHN) para o fator Fonte

F1-LED	F2-QTH
63,5 a	74 b
dp $\pm 1,0$

Figura 11 – Gráfico de Médias de microdureza para fator Fonte

c) Fator Profundidade

Na Tabela 5 de médias para o fator Profundidade observou-se que P1 (0-2mm) determinou valores de microdureza estatisticamente maiores que P3 (4-6mm), sendo que P2(2-4mm) apresentou valores de microdureza estatisticamente igual a ambas as profundidades (P1 e P3). (Figura 12).

Tabela 5 - Médias de microdureza (VHN) para o fator Profundidade

P1	P2	P3
70.9 b	68.5 ab	66.8 a

*Valor crítico de Tukey: 2,4
dp $\pm 0,7$

Figura 12 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Profundidade

d) Interação Fonte X Solução

Para a interação Fonte X Solução observou-se na Tabela 6, que para a fonte LED as soluções Saliva, Listerine e Cepacol determinaram médias de microdureza estatisticamente iguais entre si, enquanto que para a fonte QTH Listerine determinou

menor média que a Saliva e Cepacol, que por sua vez apresentaram médias estatisticamente iguais entre si. Na análise do comportamento da resina Charisma submetida às soluções Cepacol e Saliva, quando polimerizadas com QTH verificou-se que as médias de microdureza foram maiores que quando polimerizadas por LED. Enquanto que para a solução Listerine não houve diferença de comportamento para as duas fontes utilizadas. Isto pode ser melhor visualizado na Figura 13 e 14.

Tabela 6 - Médias de microdureza (VHN) para Fonte X Solução.

	L1-LED	L2-QTH
S1-Saliva	62.4 a	76.8 b
S2-Listerine	63.9 a	63.3 a
S3-Cepacol	64.1 a	81.8 b

*Valor crítico de Tukey:7,9

dp $\pm$ 1,8

Figura 13 – Gráfico de Médias de microdureza para Solução x Fonte

Figura 14 – Gráfico de Médias de microdureza para Fonte x Solução

e) Interação Profundidade X Solução

A interação Profundidade X Solução, não determinou efeito estatisticamente significativo na microdureza desta resina. As médias (Tabela 7) e os gráficos (Figuras 15 e 16) facilitam a visualização deste evento.

Tabela 7- Médias de microdureza (VHN) para Profundidade X Solução.

	P1	P2	P3
S1-Saliva	70,7	70,3	67,7
S2-Listerine	65,9	63,7	61,2
S3-Cepacol	76,1	71,3	71,4

ns

dp $\pm$ 1,2

Figura 15 – Gráfico de Médias de microdureza para Profundidade x Solução.

Figura 16 - Gráfico de Médias de microdureza para Solução x Profundidade

f) Interação Profundidade X Fonte

As médias contidas na Tabela 8, para a interação Profundidade x Fonte constatou-se que a fonte QTH determinou valores médios de microdureza maiores que a fonte LED em todas as profundidades analisadas (Figura 17). Por outro lado, quando analisada as médias em todas as profundidades (P1, P2 e P3) para as

fontes, tanto LED como QTH, respectivamente, verificou-se alteração de microdureza estatisticamente não significativa.

Tabela 8- Médias de microdureza (VHN) para Profundidade X Fonte.

	P1	P2	P3
F1-LED	65,6 a	63,1 a	61,7 a
F2-QTH	76,1 b	73,9 b	71,9 b

*Valor crítico de Tukey: 4,2
dp $\pm$ 1

Figura 17 – Gráfico de Médias de microdureza para Profundidade x Fonte

5.1.2 Resina Z100

A análise estatística realizada para a Resina Z100, considerando os fatores Fonte, Profundidade e Soluções é descrita a seguir.

De acordo com a Tabela 9 de resumo da Análise de Variância, os fatores Solução e Fonte tiveram efeito significativo sobre a microdureza, assim como a interação Fonte x Solução, enquanto que o fator Profundidade e suas interações não tiveram efeito significativo sobre esta variável.

Tabela 9 - Análise de variância para resina Z100

Fonte de Variação	Soma de Quadr.	G.L	Quadr. Médios	(F)	Prob. (HO)
Solução	15373.9170	2	7686.9585	39.97	0.0001%
Fonte	4452.2661	1	4452.2661	23.15	0.0107%
Interação FXS	2050.4001	2	1025.2001	5.33	0.9424%
Resíduo I	6924.0000	36	192.3333		
Profundidade	83.6310	2	41.8155	0.58	43.4252%
Interação PxS	375.4164	4	93.8541	1.31	27.3839%
Interação PxF	95.5434	2	47.7717	0.67	47.8802%
Resíduo II	5160.4287	72	71.6726		
Variação total	34736.2500	125			

* $p \leq 0,5$

Na análise para:

a) Fator Solução

As médias da Tabela 10 mostram que este fator influenciou a microdureza. Isto é, S3 (Cepacol) determinou maiores médias, quando comparado às soluções S1(Saliva) e S2(Listerine), e estas duas apresentaram médias estatisticamente iguais entre si, como pode ser visto na Figura 18.

Tabela 10 – Médias de microdureza (VHN) para o fator Solução

S1-Saliva	S2-Listerine	S3-Cepacol
137.3 a	136.8 a	160.5 b

*Valor crítico de Tukey: 7,4

dp $\pm$ 2,1

Figura 18 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Solução

b) Fator Fonte

A microdureza foi alterada pelo tipo de Fonte utilizado, o que está demonstrada na Tabela 11 de médias, onde se verificou que F2(QTH) determinou média estatisticamente maior que F1(LED). Este fato também pode ser visto na Figura 19.

Tabela 11- Médias de microdureza (VHN) para o fator Fonte.

F1-(LED)	F2-(QTH)
138.9 a	150.8 b

dp $\pm$ 1,7

Figura 19 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Fonte

c) Fator Profundidade

O fator Profundidade não teve efeito estatisticamente significativo sobre a microdureza (Tabela 12 e Figura 20)

Tabela 12- Médias de microdureza (VHN) para o fator Profundidade

P1	P2	P3
146	144	144.02

ns
dp $\pm 1,3$

Figura 20 – Gráfico de microdureza para o fator profundidade

d) Interação Fonte X Solução

Figura 21 – Gráfico de Médias de microdureza para Solução x Fonte

A análise da Tabela 13 de médias para a interação Fonte x Solução demonstra que a Fonte QTH determinou maiores médias de microdureza para todas as soluções (Figura 21), e a Solução Cepacol originou maiores médias de microdureza para ambas as fontes quando comparada à Saliva e Listerine. Considerando a interação QTH x Cepacol, verificou-se que a microdureza foi estatisticamente maior que a interação LED x Cepacol. Isto pode ser mais bem visualizado no gráfico da Figura 22.

Tabela 13 - Médias de microdureza (VHN) para interação Fonte X Solução.

	F1-LED	F2-QTH
S1-Saliva	131.8 a	142.9 ab
S2-Listerine	135.6 a	138.1 ab
S3-Cepacol	149.4 b	171.6 c

*Valor crítico de Tukey:12,8
dp ± 3

Figura 22 – Gráfico de Médias de microdureza para Fonte x Solução

Para as interações: e) Profundidade x Solução e f) Profundidade x Fonte, não houve efeito estatisticamente significativo sobre a microdureza. As médias constam nas Tabelas 14 e 15, respectivamente, com as que foram construídas os gráficos da Figura 23 e 24, respectivamente.

e) Interação Profundidade X Solução

Tabela 14- Médias de microdureza (VHN) para Profundidade X Solução.

	P1	P2	P3
S1-Saliva	137,8	137,7	136,5
S2-Listerine	138,5	138,8	133,28
S3-Cepacol	161,6	157,7	162,28

ns

dp $\pm$ 2,2

Figura 23 – Gráfico de Médias de microdureza para Profundidade x Solução

e) Interação Profundidade X Fonte

Tabela 15- Médias de microdureza (VHN) para Profundidade x Fonte.

	P1	P2	P3
F1-LED	140,1	139,8	136,9
F2-QTH	151,8	149,7	151

ns

dp $\pm 1,8$

Figura 24 – Gráfico de Médias de microdureza para Profundidade x Fonte

5.1.3 Resina Filtek Supreme

Foi realizada análise para a resina Filtek Supreme para os fatores Fonte, Profundidade e Solução.

Pela análise de variância observou-se que o fator Fonte não teve efeito estatisticamente significativo nos valores médios de microdureza, no entanto, verificou-se significância estatística para os fatores Solução(S) e Profundidade(P), assim, como para as interações Fonte x Solução e Profundidade x Solução (Tabela 16)

Tabela 16 - Análise de variância para resina Filtek Supreme

Fonte de Variação	Soma de Quadr.	G.L	Quadr. Médios	(F)	Prob. (HO)
Solução	6595.0596	2	3297.5298	38.03	0.0001%
Fonte	306.5516	1	306.5516	3.54	6.4966 %
Interação FXS	722.7817	2	361.3909	4.17	2.2951 %
Resíduo I	3121.6904	36	86.7136		
Profundidade	322.6786	2	161.3393	4.97	0.9586 %
Interação PxS	12.3690	4	3.0923	0.10	1.9371 %
Interação PxF	12.2103	2	6.1052	0.19	16.9533 %
Resíduo II	2338.3452	72	32.4770		
Variação total	13458.0000	125			

* $p \leq 0,5$

Assim, analisando:

a) Fator Solução

Tabela 17- Médias de microdureza (VHN) para o fator Solução.

S1-Saliva	S2-Listerine	S3-Cepacol
102.6 a	99.9 a	116.4 b

*Valor crítico de Tukey: 4,9
dp $\pm$ 1,4

Na Tabela 17 de médias e no gráfico da Figura 25, para o fator Solução observa-se que a solução Cepacol apresentou valores médios de microdureza estatisticamente maiores que as soluções Saliva e Listerine. Sendo que Listerine determinou a menor média, ficando a Saliva em posição intermediária.

Figura 25 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Solução

b) Fator Fonte

Tabela 18 - Médias de microdureza (VHN) para o fator Fonte

F1-LED	F2-QTH
104.8	107.9

ns
dp $\pm 1,1$

Para esta resina em estudo, o fator Fonte não teve efeito estatisticamente significativo, com as médias de microdureza que constam na Tabela 18 foi construído o gráfico da Figura 26.

Figura 26 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Fonte

c) Fator Profundidade

Tabela 19 - Médias de microdureza (VHN) para o fator Profundidade

P1	P2	P3
108.5 b	105.6 ab	104.8 a

*Valor crítico de Tukey:2,9
dp $\pm$ 0,8

De acordo com a análise da tabela 19, para o fator Profundidade observamos que a Profundidade P3(4-6mm) determinou valores de microdureza estatisticamente menor que a P1(0-2mm). Por outro lado, verifica-se que P2 (2-4mm) apresentou média estatisticamente igual às das profundidades P1 e P3. Ver no gráfico da Figura 27.

Figura 27 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Profundidade

d) Interação Fonte X Solução

Tabela 20 - Médias de microdureza (VHN) para Fonte x Solução .

	S1-Saliva	S2-Literine	S3-Cepacol
F1-LED	100,8 a	101,4 a	112 b
F2-QTH	104,4 ab	98,4 a	120,8 c

*Valor crítico de Tukey:8,6
dp $\pm$ 2

Na Tabela 20, de médias para a interação Fonte x Solução, no sentido das linhas constatou-se que tanto para fonte LED (F1) quanto para fonte QTH(F2), a solução Cepacol (S3) determinou maiores valores de microdureza quando comparada às demais soluções (Figura 28). No sentido das colunas verificou-se que para a solução S3, a Fonte F2 apresentou média estatisticamente maior que para F1 (Figura 29).

Figura 28 – Gráfico de Médias de microdureza para Solução x Fonte.

Figura 29 – Gráfico de Médias de microdureza para Fonte x Solução.

e) Interação Profundidade X Solução

Tabela 21 - Médias de microdureza (VHN) para Profundidade X Solução.

	P1	P2	P3
S1-Saliva	105,1 a	101,5 a	101,2 a
S2-Listerine	101,6 a	99,6 a	98,6 a
S3-Cepacol	118,9 b	115,7 b	114,7 b

*valor crítico de Tukey: 6,9

dp ± 1,5

Analisando a Tabela 21 para interação Profundidade x Solução observamos que para todas as soluções, as profundidades apresentaram valores médios de microdureza estatisticamente semelhantes entre si ($P1=P2=P3$). Porém o enxaguatório bucal Cepacol determinou maiores valores de microdureza que as demais soluções, para todas as profundidades, que foram igualmente iguais entre si. Isto pode ser mais bem visualizado na Figura 30.

Figura 30 – Gráfico de Médias de microdureza para Profundidade x Solução

f) Interação Profundidade X Fonte

Tabela 22 - Médias de microdureza (VHN) para a interação Profundidade X Fonte.

	P1	P2	P3
F1-LED	106,7	104,5	103,1
F2-QTH	110,39	106,7	106,6

ns

dp $\pm$ 1,2

A não significância desta interação sobre a variável microdureza justifica a sua análise, o que representa não haver diferença estatisticamente significativa. Na Tabela 22 constam as médias para a interação Profundidade x Fonte (Figura 31).

Figura 31 – Gráfico de Médias de microdureza para Profundidade x Fonte

5.1.4 Microdureza Superficial (0-2mm)

Com o objetivo de avaliar comparativamente o comportamento das resinas, em função dos fatores Fonte e Solução na profundidade (P1= 0-2 mm), o que representa a microdureza superficial, foi realizada a análise estatística a seguir.

Na Tabela 23, resumo da análise de variância observou-se que houve efeito estatisticamente significativo dos fatores analisados: Solução(S), Resina(M) e Fonte(F) sobre a variável microdureza, assim como, as interações SoluçãoxResina e Fonte X Solução, enquanto que a interação Fonte X Resina foi não significativa.

Tabela 23 - Análise de variância para todas as resinas

Fonte de Variação	Soma de Quadr.	G.L	Quadr. Médios	(F)	Prob. (HO)
Solução	7101.6729	2	3550.8364	52.43	0.0000%
Resina	118854.9141	1	59427.4570	887.46	0.0000%
Fonte	2470.3394	2	2470.3394	36.48	0.0004%
Interação SxM	1328.8953	2	332.2238	4.91	0.1453%
Interação FxS	1137.1842	4	568.5921	8.40	0.0678%
Interação FxM	370.8001	2	185.4001	2.74	6.7446%
Resíduo	7314.4819	108	67.7267		
Variação total	138754.2500	125			

* $p \leq 0,5$

Isto significa que, para:

a) Fator Solução

As médias de microdureza para as soluções em estudo, de acordo com a Tabela 24 e Figura 32, quando comparadas, constatou-se que a solução Cepacol determinou maior média de microdureza que as soluções S1-Saliva(controle) e S2-Listerine, que por sua vez foram estatisticamente iguais entre si.

Tabela 24 - Médias de microdureza (VHN) para o fator Solução

S1-Saliva	S2-Listerine	S3-Cepacol
104.5a	102.2a	119.2b

*Valor crítico de Tukey: 5.3
dp $\pm 1,2$

Figura 32 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Solução

b) Fator Resina

Tabela 25 Médias de microdureza (VHN) para o fator Resina.

M1-Charisma	M2-Z100	M3-Filtek S
71a	146.2c	108.8b

*Valor crítico de Tukey: 5.3
dp $\pm 1,2$

Observa-se na Tabela 25 e Figura 33 que a resina Z100 apresentou média de microdureza maior e a resina Charisma menor, ficando em posição intermediária a Filtek Supreme.

Figura 33 – Gráfico de microdureza para o fator Resina

c) Fator Fonte

Tabela 26 - Médias de microdureza (VHN) para o fator Fonte.

F1-LED	F2-QTH
104.2a	113.1b

*Valor crítico de Tukey: 3.8
dp $\pm$ 1,0

De acordo com a Tabela 26 de médias para o fator Fonte constatou-se que F2 - QTH determinou maior média de microdureza que a fonte F1 – LED. (Figura 34).

Figura 34 – Gráfico de Médias de microdureza para o fator Fonte

d) Interação Solução X Resina

Para a interação Solução x Resina, a análise da Tabela 27 e Figura 36, no sentido das linhas mostra que R1 – Charisma teve comportamento estatisticamente igual quando submetido às três soluções de estudo, isto é, S1 – Saliva, S2 – Listerine e S3 – Cepacol; os valores de microdureza para a resina M2 - Z100 em S1 – Saliva e S2 – Listerine foram estatisticamente iguais e menores que para S3 – Cepacol; o comportamento da resina M3 – Filtek Supreme apresentou médias estatisticamente iguais para as soluções S1 e S2 e menores que a determinada pela solução S3. A análise no sentido das colunas permitiu verificar que a solução S3 – Cepacol determinou maior microdureza para as resinas M2 e M3, sendo maior, ainda M2 – Z100 que R3; já a Saliva e Listerine determinaram maiores médias para a resina Z-100 quando comparado com a Filtek Supreme, no entanto menores que a determinada por S3. Isto pode ser melhor visualizado na Figura 35.

Tabela 27- Médias de microdureza (VHN) para Solução X Resina.

	S1-Saliva	S2-Listerine	S3-Cepacol
M1-Charisma	70.7a	65.9a	76.3a
M2-Z100	137.8d	138.5d	162.3e
M3-Filtek	105.1b	102.1b	118.9c

*Valor crítico de Tukey: 11.5

dp $\pm$ 2,1

Figura 35 – Gráfico de Médias de microdureza para Solução x Resina.

Figura 36 – Gráfico de Médias de microdureza para Resina x Solução.

e) Interação Fonte X Solução

Tabela 28 - Médias de microdureza (VHN) para Fonte X Solução.

	F1-LED	F2-QTH
S1-Saliva	99.7a	109.4bc
S2-Listerine	101.6ab	102.8abc
S3-Cepacol	111.3c	127.1d

*valor crítico de Tukey: 8.7
dp $\pm$ 1,7

Analisando a Tabela 28 para a interação Fonte x Solução observou-se que no sentido das linhas, as soluções Saliva e Cepacol, respectivamente, determinaram maior média de microdureza, na interação com a fonte QTH, enquanto que a solução Listerine em função das fontes F1 e F2 não houve diferença estatisticamente significativa. (Figura 37); no sentido das colunas constatou-se que a utilização da fonte LED associada com as soluções S1 e S2, respectivamente, as médias de microdureza foram menores que para S3 e iguais entre si, enquanto que para S3 as médias foram maiores em função das duas fontes respectivamente. Já para a interação Fonte F2 – QTH com as soluções S1 – Saliva e S2 – Listerine foram iguais entre si e menores que S3 – Cepacol. (Figura 38).

Figura 37 – Gráfico de Médias de microdureza para Solução x Fonte.

Figura 38 – Gráfico de Médias de microdureza para Fonte x Solução.

f) Interação Fonte X Resina

Tabela 29 - Médias de microdureza (VHN) para Fonte X Resina.

	F1-LED	F2-QTH
M1-Charisma	65.8	76.1
M2-Z100	140.1	152.2
M3-Filtek	106.7	110.8

ns

dp $\pm$ 1,7

Para a interação Fonte x Resina não houve significância estatística. As médias para esta interação constam na a tabela 29. (Figura 39).

Figura 39 – Gráfico de Médias de microdureza para Fonte x Resina

5.2 Espectroscopia de Micro Raman

Foi feita Espectroscopia Raman para cada condição experimental. Os dados obtidos pela espectroscopia foram processados e transformados no programa ORIGIN 6.0.

Os valores percentuais de grau de conversão constam nas Tabelas 30. Foram feitas as comparações entre: a) os valores percentuais do grau de conversão, b) dos espectros obtidos em cada condição experimental e, c) entre o grau de conversão e os espectros, conforme metodologia preconizada pelo Departamento de Química da Faculdade de Filosofia, Ciências e Letras de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo.

Cálculo do Grau de Conversão

Os dados obtidos do Espalhamento Raman foram processados através do programa ORIGIN 6.0, para todas as amostras analisadas. Após a obtenção dos espectros foi realizado o traçado da linha base, o que permitiu o cálculo do ΔY para a intensidade referente à banda em 1640 cm^{-1} (C=C) e a intensidade referente à banda em 1610 cm^{-1} (C-C). Os números obtidos foram aplicados na fórmula abaixo:

$$\text{GC (\%)}: 100 \times \left(1 - \frac{R_{\text{polimerizado}}}{R_{\text{não polimerizado}}}\right)$$

GC: grau de conversão

$R_{\text{polimerizado}}$: valor do ΔY da banda centrada em 1640 cm^{-1}

$R_{\text{não polimerizado}}$: valor do ΔY da banda centrada em 1610 cm^{-1} .

Tabela 30 - Valores percentuais de grau de conversão (%GC) obtidos através da Espectroscopia de Micro-RAMAN.

		P1			P2			P3		
		S1	S2	S3	S1	S2	S3	S1	S2	S3
M1	F1	63	66	56	58	57	50	54	49	47
	F2	65	71	61	65	70	57	58	65	66
M2	F1	56	48	51	41	43	52	43	38	41
	F2	60	48	53	55	57	52	51	41	49
M3	F1	55	60	39	57	52	40	44	42	28
	F2	60	64	66	53	50	60	54	33	50

Legenda: P1= profundidade de 0-2mm

P2= profundidade de 2-4mm

P3= profundidade de 4-6mm

S1= solução Saliva

S2= solução Listerine

S3= solução Cepacol

M1= resina Charisma

M2= resina Z100

M3= resina Filtek Supreme

F1= fotopolimerizador de diodo emissor de luz (LED)

F2= fotopolimerizador de luz halógena (QTH)

Para visualização dos resultados, foram selecionados o grupo que apresentou os melhores espectros na análise espectroscópica Raman e que determinaram melhores valores de GC.

5.2.1 Resinas Antes e Após a Polimerização

M1 - Charisma

Figura 40 - Espectro Raman da resina Charisma, antes e após a polimerização. Notar a banda referente à C-C (1610cm^{-1}) e banda referente à C=C (1640cm^{-1}).

M2 - Z100

Figura 41 - Espectro Raman da resina Z100 antes e após a polimerização. Notar a banda referente à C-C (1610cm^{-1}) e banda referente à C=C (1640cm^{-1}).

M3 - Filtek Supreme

Figura 42 - Espectro Raman da resina Filtek Supreme antes e após a polimerização. Notar a banda referente à C-C (1610cm^{-1}) e banda referente à C=C (1640cm^{-1}).

Os espectros acima (Fig. 40, 41, 42) mostram uma diminuição no percentual de C=C (1640cm^{-1}) e um aumento de C-C (1610cm^{-1}) o que explica a polimerização dos materiais.

5.2.2 Fator Resinas

5.2.2.1 Charisma

Figura 43 - Espectro Raman da resina Charisma após polimerização com fonte QTH e imersa em saliva, sendo um espectro para cada profundidade (CSQ1= 2 mm, CSQ2= 4 mm e CSQ3= 6 mm) conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610 cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640 cm^{-1}).

Figura 44 - Espectro Raman da resina Charisma após polimerização com fonte LED e imersa nas diferentes soluções (CSL=saliva, CLL=Listerine e CCL=Cepacol) de acordo com a legenda, sendo a profundidade fixa em P1= 2 mm. Notar a banda referente a C-C (1610 cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640 cm^{-1}).

Figura 45 - Espectro Raman da resina Charisma após polimerização com fonte QTH (CSQ) e LED (CSL) conforme a legenda, imersa em saliva e a profundidade fixa em 1= 2 mm. Notar a banda referente a C-C (1610 cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640 cm^{-1}).

Pela análise dos espectros nas figuras acima (Fig. 43, 44, 45) não se observa diferenças significantes entre os fatores de variação (Profundidade, Solução e Fonte respectivamente) para nenhuma das condições experimentais o que demonstra que a resina Charisma não sofreu interferência na sua conversão por nenhum dos fatores analisados. Com relação às fontes utilizadas ambas originaram espectros semelhantes entre si, apesar de apresentarem valores de grau de conversão diferentes, porém muito próximos entre si.

5.2.2.2 Z100

Figura 46 - Espectro Raman da resina Z100 após polimerização com fonte QTH e imersa em saliva, sendo um espectro para cada profundidade (ZSQ1= 2 mm, ZSQ2= 4 mm e ZSQ3= 6 mm) conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610 cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640 cm^{-1}).

Figura 47 - Espectro Raman da resina Z100 após polimerização com fonte LED e imersa nas diferentes soluções (ZSL=saliva, ZLL=Cepacol e ZCL=Listerine) de acordo com a legenda, sendo a profundidade fixa em 1= 2 mm. Notar a banda referente a C-C (1610 cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640 cm^{-1}).

Figura 48 - Espectro Raman da resina Z100 após polimerização com fonte QTH (ZSL) e LED (ZSL) conforme a legenda, e imersa em saliva e a profundidade fixa em 1= 2 mm. Notar a banda referente a C-C (1610 cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640 cm^{-1}).

Através dos espectros apresentados na Figura 46 observa-se que não há diferença significativa entre profundidades analisadas apesar de apresentarem valores de grau de conversão diferentes. Analisando os espectros da Figura 47 pode-se observar uma pequena diferença para a solução Cepacol a qual originou picos de C=C e C-C com pequena diferença entre si e o percentual de ligação C-C (1610cm^{-1}) também apresentou-se menor, porém não se pode afirmar com certeza que ocorre uma diferença significativa no grau de conversão, pois a relação sinal/ruído está ruim dificultando a leitura pois a linha base fica difícil de ser determinada com exatidão e a intensidade pode apresentar algum erro. No entanto, para o fator Fonte o QTH determinou um maior pico de C-C que a fonte LED, portanto, um maior grau de conversão (Figura 48).

5.2.2.3 Filtek Supreme

Figura 49 - Espectro Raman da resina Filtek Supreme após polimerização com fonte QTH e imersa em saliva, sendo um espectro para cada profundidade (CSQ1=2 mm, CSQ2=4 mm e CSQ3=6 mm) conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Figura 50 - Espectro Raman da resina Filtek Sureme após polimerização com fonte LED e imersa nas diferentes soluções (CSL=saliva, CLL=Listerine e CCL=Cepacol) de acordo com a legenda, sendo a profundidade fixa em 1=2 mm. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Figura 51 - Espectro Raman da resina Filtek Supreme após polimerização com fonte QTH (CSQ) e LED (CSL) conforme a legenda, imersa em saliva e a profundidade fixa em 1=2 mm. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Observa-se nos espectros acima expostos (Figura 49, 50, 51), para a resina Filtek Supreme, que não há diferença significativa entre as profundidades P1, P2 e P3, já com relação ao fator solução nota-se uma diferença entre o espectro originado pela solução Cepacol e as demais soluções, porém não se pode afirmar com certeza que o Cepacol originou um pico C-C (1610cm^{-1}) menor, pois tal como na análise anterior, a relação sinal/ruído está ruim podendo determinar uma intensidade errônea, apesar deste apresentar o valor de grau de conversão menor em relação aos demais. Para o fator Fonte o QTH determinou um maior percentual de C-C (1610cm^{-1}) o que significa uma maior conversão de C=C para C-C que a fonte LED.

5.2.3 Solução

5.2.3.1 Saliva

Figura 52 - Espectro Raman das resinas Charisma (CSL), Z100 (ZSL), Filtek Supreme (FSL) após polimerização com fonte LED e imersa em saliva, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Figura 53 - Espectro Raman das resinas Charisma (CSQ), Z100 (ZSQ), Filtek Supreme (FSQ) após polimerização com fonte QTH e imersa em saliva, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Analisando os espectros acima (Figura 52 e 53) para a solução Saliva, nota-se que a resina Charisma originou espectros com maior percentual de conversão de C=C para C-C, logo um maior grau de conversão, para ambas as fontes, também pode ser observada um ligeira diferença entre os espectros originados pela fonte LED e QTH, porém tal diferença não é significativa.

5.2.3.2 Listerine

Figura 54 - Espectro Raman das resinas Charisma (CLL), Z100 (ZLL), Filtek Supreme (FLL) após polimerização com fonte LED e imersa em Listerine, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Figura 55 - Espectro Raman das resinas Charisma (CLL), Z100 (ZLL), Filtek Supreme (FLL) após polimerização com fonte QTH e imersa em Listerine, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Ao observar os espectros das Figuras 54 e 55 percebe-se que a solução Listerine, em ambas as fontes, determinou uma ligeira diminuição no percentual de ligações C-C (1610cm^{-1}) para a resina Z100, conseqüentemente, um menor grau de conversão comparado as demais resinas e a solução controle (saliva); no entanto, para as demais resinas não houve diferenças significantes entre os espectros. Analisando a influência das fontes LED e QTH na conversão das resinas observa-se que o comportamento das mesmas é semelhante para ambas as fontes.

5.2.3.3 Cepacol

Figura 56 - Espectro Raman das resinas Charisma (CCL), Z100 (ZCL), Filtek Supreme (FCL) após polimerização com fonte LED e imersa em Cepacol, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Figura 57 - Espectro Raman das resinas Charisma (CCQ), Z100 (ZCQ), Filtek Supreme (FCQ) após polimerização com fonte QTH e imersa em Cepacol, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Nos espectros das Figuras 56 e 57 observa-se que a solução Cepacol interfere bastante na polimerização das resinas analisadas, tanto quando analisadas entre elas quanto quando analisadas em relação as demais soluções. Para a resina Z100 quando polimerizada com a fonte LED nota-se uma diminuição no percentual de C-C o que resulta em uma menor conversão, apesar de a mesma apresentou uma relação sinal/ruído ruim. Para a resina Filtek Supreme quando polimerizada com a fonte QTH observou-se um aumento no percentual de C-C o que significa uma maior conversão para esta condição, logo um maior grau de conversão. No entanto, esta solução originou espectros com sinal/ruído ruins, principalmente quando relacionadas com fonte LED, o que dificultou análise de tais dados, embora os resultados de microdureza demonstraram maiores valores para as amostras com Cepacol.

5.2.4 Fonte Polimerizadora

5.2.4.1 Diodo Emissor de Luz (LED)

Figura 58 - Espectro Raman das resinas Charisma (CSL), Z100 (ZSL), Fitek Supreme (FSL) após polimerização com fonte LED e imersa em Saliva, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Supreme (FLL) após polimerização com fonte LED e imersa em Listerine, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Figura 60 - Espectro Raman das resinas Charisma (CCL), Z100 (ZCL), Fitek Supreme (FCL) após polimerização com fonte LED e imersa em Cepacol, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente a C-C (1610cm^{-1}) e banda referente a C=C (1640cm^{-1}).

Analizando os espectros, Figura 58, 59 e 60, para todas as resinas em todas as soluções em relação à fonte LED observa-se que há uma ligeira interferência da solução Cepacol para a resina Filtek Supreme e Z100, porém não se pode afirmar com certeza que há diferença na conversão, pois a relação sinal/ruído originada por esta solução dificultou a análise dos dados.

5.1.4.2 Luz de Quartzo-Tungstênio-Halogênio (QTH)

Figura 61 - Espectro Raman das resinas Charisma (CSQ), Z100 (ZSQ), Filtek Supreme (FSQ) após polimerização com fonte QTH e imersa em Saliva, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente à C-C (1610cm^{-1}) e banda referente à C=C (1640cm^{-1}).

Figura 62 - Espectro Raman das resinas Charisma (CLQ), Z100 (ZLQ), Filtek Supreme (FLQ) após polimerização com fonte QTH e imersa em Listerine, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente à C-C (1610cm^{-1}) e banda referente à C=C (1640cm^{-1}).

Figura 63 - Espectro Raman das resinas Charisma (CCQ), Z100 (ZCQ), Filtek Supreme (FCQ) após polimerização com fonte QTH e imersa em Cepacol, conforme mostra a legenda. Notar a banda referente à C-C (1610cm^{-1}) e banda referente à C=C (1640cm^{-1}).

Os espectros acima (Figura 61, 62 e 63) permitem concluir que para a fonte QTH as resinas comportam-se da mesma forma quando em solução de Saliva e de Listerine, porém quando imersas em Cepacol o mesmo determinou uma ligeira diminuição no percentual de C-C para a resina Z100 e um aumento no percentual de C-C para a resina Filtek Supreme.

6 DISCUSSÃO

O ensaio de microdureza é um dos métodos de ensaios mecânicos mais utilizados para a verificação do grau de polimerização das resinas compostas (RYGE, FOLEY, FAIRHURST, 1961; FERRACANE, 1985; KANCA, 1985; ELIADES, VOUGIOUKLASKIS, CAPUTO, 1987; WATTS, AMER, COMBE, 1987; RUEGGERBERG; CRAIG, 1988; ATMADJA; BRYANT, 1990; CHUNG, GREENER, 1990; PILO, CARDASH, 1992; PIRES et al., 1993; MANGA, CHARLTON, WAKEFIELD, 1995; MEHL; HICKEL; KUNZELMANN, 1997; MASUDA, MALUF e MUECH, 1999; CORRER-SOBRINHO et al., 2000; KURACHI et al., 2001; SILIKAS; ELIADES; WATTS, 2000; LEONARD et al., 2001; OKADA et al., 2001; CONSANI et al., 2002; MARTIS et al., 2002; NEVES ET AL., 2002; SAY et al., 2003; ERSOY et al., 2004; KNOBLOCH et al., 2004; PRINCE, FELIX, ANDREOU, 2004; RAMP L.C.; BROOME; RAMP M.H., 2006; VENTURINI et al., 2006; CALHEIROS et al., 2008; ARAUJO et al., 2008; TORNIO et al., 2008; VANDERWALLE; ROBERTS; RUEGGERBERG, 2008), e segundo Reis e Lougueiro (2007) esta é uma propriedade muito importante para comparar os materiais restauradores de acordo com a resistência à deformação plástica, que sugere ser um indicativo da resistência à abrasão, que está relacionada à lisura superficial, com a capacidade de resistir ao desgaste e degradação superficial. Já o grau de conversão das resinas compostas é uma medida constantemente estudada (FERRACANE ; GREENER, 1984; FERRACANE ; GREENER, 1986; CHUNG; GREENER, 1990; PEUTZFELDT, 2000; ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003; SANTOS et al, 2007), porque indica o grau de polimerização do material, ou seja, o quanto de monômeros ($C=C$) reagiu e transformou-se em polímeros ($C-C$). Pode-se dizer que a reação de polimerização de materiais restauradores fotoativados, à base de dimetacrilatos, apresenta

conversão incompleta das duplas ligações carbônicas, deixando uma porção significativa de grupos metacrilatos não reagido (COOK; BEECH; TYAS, 1984).

A correlação entre a microdureza e o grau de conversão ainda é controversa, já que por um lado, estudiosos afirmam não haver tal correlação (CHUNG; GREENER, 1990; ELIADES; VOUGIOUKLASKIS; CAPUTO, 1987; RODE; KAWANO; TURBINO, 2007). Segundo Ferracane (1985) não há correlação entre microdureza e grau de conversão principalmente quando comparadas resinas diferentes formulações; Rode, Kawano e Turbino (2007) afirmam que a microdureza é um método indireto de analisar o grau de polimerização das resinas compostas, sendo a espectroscopia o método direto através da análise do grau de conversão. Em contrapartida, outros estudos mostram que essa correlação existe quando analisa-se um único material e/ou materiais com igual formulação (FERRACANE, 1985; DeWALL; FERRACANE, 1987; NEVES et al, 2002; RODE; KAWANO; TURBINO, 2007; SOARES; LIPORONI; MARTIN, 2007; SANTOS et al., 2007).

Este estudo avaliou a ação de enxaguatórios anti-sépticos, fonte de polimerização e profundidade de cura, na microdureza de diferentes resinas compostas, cujos resultados foram complementados por meio de análise espectroscópica do grau de conversão. Considerando a análise dos resultados de microdureza obtidos para cada resina, respectivamente, constatou-se que para as resinas Z100 (M2) e Filtek Supreme (M3) o efeito do enxaguatório Cepacol (S3) foi maior que Listerine (S2), que por sua vez teve efeito semelhante ao da Saliva (S1- Grupo controle), quando analisados isoladamente, isto é, S3 promoveu maior microdureza que S2. Provavelmente isso seja devido ao pH da solução Cepacol (pH= 7,46) e Listerine (pH= 4,3), que segundo Asmussen (1983), Gurdal, Guniz e

Hakan (2002) e Cavalcante et al. (2005) o pH das soluções é um fator importante que pode provocar redução dos valores de microdureza, pois afeta a degradação do compósito, provavelmente pela decomposição da matriz e desprendimento das partículas de carga, principalmente, quando em soluções ácidas. Esse processo pode estar também associado à dilatação da matriz durante o processo de sorção de água (GÖPFERICH, 1996).

Já a resina M1(Charisma), na sua respectiva análise estatística, demonstrou ter um comportamento diferente das resinas anteriormente descritas, quando exposta aos enxaguatórios. Isto é, S1 e S3 apresentaram médias de microdureza estatisticamente iguais entre si, e S2 (Listerine) apresentou menor microdureza, o que está de acordo com os resultados obtidos por Cavalcante et al. (2005), que verificou a diminuição da microdureza, pela ação de enxaguatório (Listerine = 21,6%) com maior porcentagem de álcool na composição, sendo essa solução a causadora do amolecimento superficial do material (GÜRGAN; ÖNEM; KÖPRÜLÜ, 1997; GURDAL; GUNIZ; HAKAN; 2002).

As diferenças encontradas entre os resultados obtidos para o fator solução deste trabalho e os estudos presentes na literatura podem ser decorrentes da metodologia de armazenamento e preparação dos espécimes empregada em cada estudo, no presente estudo foi empregado o tempo de armazenamento de 24 horas em saliva artificial, o que representa o tempo de pós-polimerização, sendo realizados 3 bochechos por um minuto, respectivamente, a cada 6 horas e posteriormente polidos. Enquanto que nos trabalhos realizados por Gürkan, Önem e Köprülü (1997) e Gurdal, Guniz e Hakan (2002) o armazenamento foi de 12 horas ininterruptas em solução, o que equivaleria a 10 anos e 2min de bochechos diários.

Porém Gürkan, Önem e Köprülü (1997) realizou o polimento dos espécimes e imergiu em água destilada até completar o tempo de pós-polimerização, já Gurdal, Guniz e Hakan (2002) realizou primeiro a imersão por 24 horas em água destilada e depois o polimento, pois considera que o polimento imediato causa suscetibilidade na resina por geração de calor, uma vez que a reação da resina composta ocorre no período de 24 horas (YAP; SAU; LYE, 1998).

Na análise do efeito das Fontes utilizadas na polimerização das resinas verificou-se que para a resina Filtek Supreme a fonte de luz não teve efeito significativo. No entanto, a luz halógena (F2) determinou maior microdureza para as resinas Charisma e Z100, que a fonte LED (F1). Torno et al. (2008) e Calheiros et al. (2008) associam esse fato à densidade de energia emitida pela fonte de luz, que pode estar relacionado ao tipo de aparelho e a geração da fonte LED utilizada (SOARES; LIPORONI; MARTIN, 2007; VANDEWALLE; ROBERTS; RUEGGEBERG, 2008).

Prince, Felix e Andreou (2004) afirmaram que as diversas propriedades ópticas e composições químicas dos compósitos, podem desencadear comportamentos diferentes em cada resina durante a fotopolimerização, tanto pela fonte LED quanto pela luz halógena; propriedades essas relacionadas a viscosidade de matriz resinosa, quantidades e tamanho de partículas inorgânicas, além da transmissão e espalhamento da luz no interior do material no momento da polimerização (CHUNG; GREENER, 1990; CORRER SOBRINHO et al., 2000; DUNN; BUSH, 2002).

A profundidade é outro fator que pode interferir na microdureza (KANCA, 1985; DeWALL; FERRACANE, 1987; RUYTER; OYSAED, 1987; PIRES et al., 1993 ; MASUDA; MALUF; MUECH, 1999; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999; CONSANI et al. (2002), LINDBERG et al. 2005; HASLER; ZIMMERLI; LUSSI (2006); ARAUJO et al., 2008). Na análise realizada separadamente para cada uma das resinas, constatou-se que houve efeito significativo para esse fator nas resinas Charisma e Filtek Supreme, isto é, a microdureza em P1(0 a 2,0mm) foi estatisticamente igual a P2(2 a 4mm) e maior que P3(4 a 6mm), respectivamente. Os baixos valores em P3 podem ser justificados pela distância fonte de luz/ compósito no momento da fotopolimerização (SANTOS et al., 2000; SANTOS et al., 2007; RODE; KAWANO; TURBINO, 2007; ARAUJO et al., 2008), fato também relatado por vários estudiosos (KANCA, 1985; PIRES et al., 1993 ; MASUDA, MALUF e MUECH, 1999; RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999; LINDBERG et al. 2005; ARAUJO et al. ,2008) que afirmam haver diferença na microdureza entre as regiões mais profundas e as superficiais, sendo ela maior nas mais superficiais.

Segundo Santos et al. (2007) a diferença da microdureza nas profundidades maiores pode ser explicada pelo fato da transparência da matriz orgânica e pela alta capacidade de espalhamento da luz das partículas de carga. Araujo et al. (2008) afirmam que com o aumento da profundidade do compósito a luz é difundida, absorvida, ou tem sua passagem inicial dificultada devido ao aumento da densidade dos polímeros formados que reduz a ativação das moléculas de canforoquinona .

Entretanto, para a resina Z100, a profundidade não teve efeito significativo sobre a microdureza, quando analisada isoladamente, contradizendo Masuda, Maluf e Muench (1999), Consani et al. (2002), Ramp L.C., Broome e Ramp M.H. (2006) e

Araujo et al. (2008) que utilizaram a mesma resina e observaram redução da microdureza com o aumento da profundidade, devido a diminuição da intensidade de absorção e reflexão da luz, assim como a sua dispersão e transmissão pelo interior do compósito, principalmente na região abaixo da superfície, o que torna mais crítica a velocidade e a taxa de conversão, logo, redução da microdureza.

Na interação Fonte X Solução observou-se que houve diferença estatística entre os valores obtidos, para todas as resinas. Para a resina Charisma observou-se que a fonte LED não determinou diferença entre os valores de microdureza para nenhuma das soluções em estudo; já a luz halógena originou maior microdureza quando associada à solução Saliva e Cepacol, enquanto que o Listerine apresentou menor valor, isso pode ser justificado pelo baixo pH e alta concentração de álcool desta solução (CAVALCANTE et al., 2005). Tanto para a resina Z100 quanto para a Filtek Supreme a solução Cepacol determinou maior microdureza para as duas fontes utilizadas, porém para a luz halógena (F2) a microdureza foi maior para interação com S3. Essa solução (Cepacol) determinou elevados valores de dureza, para todas as resinas, devido ao seu alto pH (7,46) e a baixa concentração de álcool, de acordo com Cavalcante et al. (2005) o pH mais alto e a baixa porcentagem de álcool (14,5%) determinam maior microdureza. Já, a fonte de luz halógena promoveu maior microdureza que o LED, provavelmente devido a baixa irradiação produzida por esta em comparação àquela (KURACHI et al., 2001; DUNN; BUSH, 2002; LEONARD *et al.*, 2002; ASMUSSEN; PEUTZFELDT, 2003a; NAKFOOR et al., 2005; FILIPOV; VLADIMIROV, 2006).

A interação Profundidade X Solução não teve efeito significativo nas análises das resinas Charisma e Z100, respectivamente. Porém, para a resina Filtek

Supreme a solução Cepacol originou valores de microdureza maiores, sendo que não houve diferença entre as profundidades. Sugere-se que o Cepacol tenha promovido aumento da dureza devido a ação do pH e da quantidade de álcool na solução (CAVALCANTE et al., 2005). Quanto à profundidade esse resultado contradiz os encontrados na literatura os quais relatam diminuição da microdureza com o aumento da profundidade (RUEGGERBERG; CAUGHMAN; CHAN, 1999; LINDBERG et al. 2005; SANTOS, et al., 2007; ARAUJO et al. ,2008)

Com relação a interação Profundidade X Fonte observou-se que não houve diferença significativa entre os valores obtidos para as resinas Z100 e Filtek Supreme, porém para a resina Charisma para todas as profundidades analisadas observou-se que a fonte halógena determinou valores de microdureza maiores que a fonte LED tal como foi observado no trabalho de Araujo et al. (2008), nesse os autores afirmaram que tanto o método de cura quanto a profundidade influenciam significativamente a dureza e, Santos et al. (2007) observaram que a dureza diminuiu gradualmente após 4mm de profundidade e esta diminuição foi mais acentuada quando utilizou-se a luz LED. Além disso, Rode, Tawano e Turbino (2007) avaliaram a ação das diferentes fontes em diversas profundidade através da análise de microdureza e de grau de conversão, os autores afirmaram que o aumento da profundidade provocou uma diminuição na microdureza, quando utilizada a fonte de luz LED.

No entanto, Ramp L.C., Broome e Ramp M.H. (2006) constataram que a profundidade de polimerização da resina Z100 com a fonte LED e halógena foi similar, ambas as fontes emitiam a mesma quantidade de radiação. Ainda, segundo Porche *et al.* (2003) a performance da nova geração de aparelhos LEDs demonstra

potencial para substituir as tradicionais fontes halógenas, porém o presente estudo não confirma tal afirmação, uma vez que, a luz halógena proporcionou melhores resultados que o LED, para as resinas Charisma e Z100. Alguns estudos sugerem que os métodos de polimerização devem ser cuidadosamente analisados com relação a composição do material, tipo de luz e ciclo de cura utilizado, presença de co-iniciadores e profundidade dos incrementos de resina (NEUMANN et al. 2005; RAMP L.C., BROOME; RAMP M.H., 2006). Segundo Santos et al.(2007) os diferentes resultados determinados pelas fontes de luz podem ser devido a composição das resinas, matriz orgânica e partícula de carga, as quais podem determinar resultados adversos, como: espalhamento, dispersão e transmissão da luz.

Na segunda análise estatística realizada para a variável microdureza foi possível observar que entre as resinas a Z100 apresentou maior microdureza, seguida pela resina Filtek Supreme e a resina Charisma, que apresentou menores médias. Alguns autores afirmam que esta diferença entre as resinas deve-se a quantidade e tipo da carga inorgânica presente na composição das mesmas (KANCA et al., 1985, ELIADES; VOUGIOUKASKIS; CAPUTO, 1987; ATMADJA ; BRYANT, 1990; MEHL; HICKEL; KUNZELMANN,1997; ABATE; ZAHRA; MACCHI, 2001; LEONARD et al., 2001; SOARES; LIPORONI; MARTIN, 2007; ARAUJO et al., 2008; VANDERWALLE; ROBERTS; RUEGGBERG, 2008; TORNÓ et al., 2008) Peutzfeldt e Asmussen (2000), Correr-Sobrinho et al. (2000) e Ersoy et al.(2004) sugerem que a diferença de comportamento existente entre as resinas deve-se a composição de cada uma, principalmente, em relação ao tipo, tamanho, concentração e peso das partículas de carga que cada uma das resinas apresenta.

Leonard et al., 2005, concluiu em seu estudo que é necessário o dobro de irradiação para polimerizar adequadamente uma resina de micropartícula quando comparada à resina híbrida (Z100).

A análise possibilitou observar, também, que a solução Cepacol (S3) determinou maior dureza que as demais soluções, devido a influencia do pH e da concentração de álcool, como foi apresentados em estudos prévios (GURDAL; GUNIZ; HAKAN , 2002; CAVALCANTE et al., 2005), as soluções S1 e S2 foram iguais entre si. Já a fonte QTH (L2) produziu maior média que a fonte LED (L1), tal resultado já foi observado anteriormente por Soares, Liporoni, Martin (2007) e Vanderwalle, Roberts e Rueggeberg (2008).

Ainda, sobre a análise mencionada acima, observou-se que para a Interação Fonte X Solução a solução Cepacol produziu maiores valores de dureza ao passo que a fonte de luz halógena determinou maiores valores, segundo Cavalcante et al. (2005) o alto pH da solução e a menor porcentagem de álcool influem na microdureza pois produzem maiores valores da mesma em resinas compostas. Ainda, conforme já foi mostrado por Kurachi et al. (2001) a fonte de luz halógena promove maior valor de microdureza devido a alta intensidade de luz.

Com relação a interação Material X Solução, a resina Z100 apresentou maior valor de microdureza seguida pela resina Filtek Supreme e, por fim, a Charisma com menor valor. Já a solução Cepacol produziu maiores valores de microdureza para as resina Z100 e Filtek Supreme, sendo que para a resina Charisma não houve diferenças entre as soluções. Estes resultados podem estar relacionados a hidrofilicidade de cada resina (GOPEFERCH, 1996) e, conseqüentemente, a

suscetibilidade da matriz resinosa à degradação química (GÜRGAN; ÖNEM; KÖPRÜLÜ, 1997; GURDAL; GUNIZ; HAKAN, 2002; CAVALCANTE, et al., 2005) que por sua vez pode determinar diminuição nos valores de microdureza, sendo influenciado pela composição química de cada material.

Foi realizado um estudo complementar por meio da análise dos espectros obtidos por espectroscopia, assim como também foi realizado o cálculo de grau de conversão para auxiliar na interpretação dos resultados (somente como ilustração).

Os resultados obtidos pelos espectros para a resina Charisma foram maiores que os da resina Z100 e essa foi ligeiramente maior que da Filtek Supreme. Isto, provavelmente, deve-se à composição do material, relação entre intensidade da luz e cinética de radicais livres na resina, além da química específica do sistema iniciador e/ou co-iniciador presente nas mesmas (MEHL; HICKEL; KUNZELMANN, 1997; PEUTZFELDT; ASMUSSEN, 2000; NEUMANN et al., 2005). É necessário destacar, também, a influência das partículas de carga presentes na matriz orgânica que dependendo do peso, concentração e tamanho influenciam a transmissão da luz no interior do material e a mobilidade dos componentes da matriz (monômeros e sistema ativador/iniciador) (DUNN; BUSH, 2002; CORRER SOBRINHO et al., 2000; FERRACANE, 1984), ainda, segundo Chung e Greener (1990) a falta de grupo hidroxílico na estrutura molecular dá ao material uma viscosidade relativamente baixa e alto grau de conversão, segundo Ferracane e Greener (1984) sugerem quanto mais resina diluente houver mais completa será a cura porque provavelmente isso reduz a viscosidade do material e permite melhor mobilidade das espécies reativas durante a reação de polimerização e, assim, produzir um maior grau de conversão.

Segundo Calheiros et al. (2008) o fator profundidade de cura influe no grau de conversão pois com o aumento da mesma há maior dificuldade para luz atravessar o compósito ocorrendo reflexão, dispersão e menor absorção da luz, reduzindo a conversão em profundidade.

Analisando os espectros para resina Charisma não se observou diferenças significantes para os fatores analisados (Profundidade, Solução e Fonte) o que pode significar que o grau de conversão desta resina não foi muito influenciado pelos mesmos. Isto porque às fontes utilizadas ambas originaram espectros semelhantes entre si, o que demonstra não influenciar na conversão do compósito, no entanto houve pequena diferença entre os valores de grau de conversão o que foi também observado por Leloup et al (2002) e Rode et al (2007) que a luz halógena não determinou diferença significativa entre as profundidades analisadas enquanto que para a fonte LED encontraram diferenças. No entanto Rode et al. (2007) concluíram que todas as fontes utilizadas determinaram grau de conversão e microdureza similares.

Para as resinas Z100 e Filtek Supreme foi possível observar nos espectros que não houve diferença significativa entre profundidades analisadas, apesar de apresentarem valores numéricos de grau de conversão ligeiramente diferentes. Analisando os espectros para o fator Soluções foi possível observar que há uma pequena variação para a solução Cepacol, a qual originou picos de C=C e C-C com pouca diferença entre si e o percentual de ligação C-C (1610cm^{-1}) também apresentou-se menor comparada às demais soluções, porém não se pode afirmar com certeza que a diferença foi significativa para o grau de conversão, pois a relação sinal/ruído ruim dificultou a leitura, uma vez que a linha base fica difícil de

ser determinada com exatidão, sendo possível apresentar erro na intensidade da banda a ser avaliada. Não há relatos na literatura deste tipo de comportamento, tão pouco este tipo de análise utilizando esta solução, logo, fica difícil afirmar por que tal fato tenha ocorrido, no entanto acredita-se que tenha sido causado pela alteração de cor provocada pela solução na resina determinando ruídos nos espectros e acarretando em dificuldade de leitura.

Ainda com relação as resinas mencionadas acima, ao analisar o fator Fonte observou-se que a fonte QTH determinou um maior percentual de C-C (1610cm^{-1}) o que significa uma maior conversão de C=C para C-C que a fonte LED, tal como foi observado por Tarle et al. (2002). Segundo Soares et al. (2007) o alto grau de conversão está relacionado à intensidade de luz e ao tempo de exposição.

Conforme já foi mencionado anteriormente o uso de Soluções não influenciou os valores de grau de conversão, apesar da solução Cepacol (S3) ter interferido bastante na análise dos espectros de todas as resinas, tanto quando comparadas entre os parâmetros avaliados (Profundidade e Fonte) em relação às demais soluções (Listerine e Saliva). Esta solução, S3, originou espectros com sinal não satisfatório, principalmente quando relacionadas com fonte LED, o que dificultou análise de tais dados, embora os resultados de microdureza tenham demonstrado maiores valores para as amostras com Cepacol, este fato pode estar relacionado a influência do corante específico desta solução que por sua vez interage com a matriz orgânica e provoca alterações de cor que no momento da leitura dos espectros causa ruídos no mesmos .

Tal como o teste de microdureza, a análise espectroscópica revelou que a fonte de luz Halógena originou espectros representativos de maior conversão dos monômeros (C=C) em polímeros (C-C) que a fonte LED, quando analisado isoladamente, revelando que o grau de conversão da fonte Halógena (F2) foi maior que da fonte LED (F1), conforme observado no trabalho de Santos et al. (2007), esse atribuiu a diferença entre as fontes ao elevado espalhamento da luz provocado pela composição de partículas no material e pelo baixo comprimento de onda da fonte utilizada, isso pode explicar o alto grau de conversão e dureza produzido pela fonte de luz Halógena comparada a fonte LED.

Esse fato pode ser atribuído à densidade de energia produzida por cada fonte, no presente estudo a fonte de luz halógena (QTH) produziu densidade de energia de 350 a 500 mW/cm² enquanto que a fonte LED produziu densidade de energia de 200 a 570 mW/cm², e também ao calor gerado pela fontes QTH que pode acelerar o processo de polimerização produzindo maior grau de conversão (HAYAKAWA *et al.*, 1999; NOMURA *et al.*, 2002; TARLE *et al.*, 2002). Recentes pesquisas sugerem que os novos aparelhos LEDs promovem grau de conversão e propriedades mecânicas semelhante às fontes halógenas (PORCHE *et al.*, 2003; RAMP L.C.; BROOME; RAMP M.H., 2006; SOARES; LIPORINI; MARTIN, 2007; SANTOS *et al.*, 2007; CALHEIROS *et al.*, 2008), pelo aumento da densidade de energia da fonte LED.

Os espectros obtidos para a maior profundidade (P3) demonstraram menor grau de conversão, já os espectros para menor profundidade (P1) apresentaram maior grau de conversão, para todas as resinas analisadas, conforme também foi observado por Santos et al. (2007), uma redução gradual do grau de conversão a

partir de 4mm quando realizada a polimerização com QTH e a partir de 2mm quando realizada a polimerização com LED.

Ainda com relação ao fator Profundidade muitos autores relataram que com o aumento da profundidade há redução no grau de conversão (SANTOS et al., 2007; RODE; KAWANO; TURBINO, 2007; ARAUJO et al., 2008), eles afirmam que a densidade de energia recebida pela resina é maior em profundidades menores o que promove maior grau de conversão da matriz resinosa.

Com relação ao efeito dos enxaguatórios sobre os materiais restauradores, na cavidade bucal, Gurdal, Akdeniz e Sen (2002) sugerem que esse efeito pode ser modificado por vários fatores, que não podem ser reproduzidos *in vitro*. A saliva pode diluir ou interferir no enxaguatório, e assim, reduzir a ação do efeito de amolecimento e a provável formação de uma película salivar que pode promover um efeito protetor, e por isso, são necessários estudos *in vivo* para determinar o efeito real dos enxaguatórios (GÜRGAN; ÖNEM; KÖPRÜLÜ, 1997; GURDAL, AKDENIZ; SEN, 2002; CAVALCANTE et al., 2005), embora estudos *in vitro* possam dar um direcionamento para a tendência do efeito das condições propostas.

O estudo de microdureza foi complementado com a análise espectroscópica do grau de polimerização das resinas compostas submetidas as diferentes condições experimentais. A Espectroscopia demonstrou não haver diferenças representativas, entre as amostras, após análises dos espectros, embora pequenas diferenças numéricas do grau de conversão tenham sido verificadas.

7 CONCLUSÃO

De acordo com a metodologia aplicada conclui-se que:

- A resina Z100 apresentou os maior microdureza que a Filtek Supreme e Charisma.
- A resina Charisma apresentou menor microdureza que as demais resinas.
- A resina Charisma apresentou maior grau de conversão.
- A profundidade P3 (4-6mm) apresentou menores valores de microdureza e de grau de conversão.
- A profundidade P1 (0-2mm) apresentou maiores valores de microdureza e de grau de conversão para todas as resinas analisadas.
- A fonte de luz Halógena determinou maiores valores de microdureza e de grau de conversão para todas as resinas analisadas.
- A solução Cepacol determinou maiores valores de microdureza para todas as resinas analisadas.
- O fator Solução não teve efeito significativo no grau de conversão de acordo com os espectros obtidos para todas as resinas analisadas.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ABATE, P.F.; ZAHRA, V.N.; MACCHI, R.L. Effect of photopolymerization variables on composite hardness. **J. Prosthet. Dent.**, v.86, n.6, p.632-5, 2001.

ARAUJO, C.S.; SCHEIN, M.T.; ZANCHI, C.H.; RODRIGUES Jr., S.A.; DEMARCO, F.F. Composite resin microhardness: the influence of light curing method, composite shade, and depth cure. **J. Cont. Dent. Pract.**, v.9, n.4, p.43-50, 2008.

ASMUSSEN, E. Softening of BISGMA-based polymers by ethanol and by organic acid of plaque. Scand. **J. Dent. Res.**, v.92, n.3, p.257-61, 1984.

ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Influence of UEDMA, BisGMA and TEGDMA on selected mechanical properties of experimental resin composites. **Dent. Mater.**, v. 14, n. 1, p. 51-56, 1998.

ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Light-emitting diode curing: influences on selected properties of resin composites. **Quintessence**, v.34, n.1, p.71-5, 2003a.

ASMUSSEN, E.; PEUTZFELDT, A. Two-step curing influence on conversion and softening of a dental polymer. **Dent. Mater.**, v.19, p. 466-70, 2003b.

ATMADJA, G., BRYANT, R W. Some factors influencing the depth of cure of a visible light-activated composite resin. **Aust. Dent. J.**, v.35, p. 213-8, 1990.

BALA, O.; ÖLMEZ, A.; KALAYCI, S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. **J. Oral Rehabil.**, v.32, n.2, p.134-40, 2005.

BOWEN, R. L. Use of epoxy resins in restorative materials. **J. Dent. Res.**, v.35, n.3, p.360-9, jun., 1956.

BOWEN, R. L. **Dental filling material comprising vinyl silane treated fused silica and a binder consisting of the reaction product of bis phenol and glycidyl acrylate.** US n. 3066112. 27, nov., 1962.

BOWEN, R.L. Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. **J. Am. Assoc.**, v.66, n.1, p.57-64, 1963.

CALHEIROS, F.; DARONCH, M.; RUEGGERBERG, F.A.; BRAGA, R.R. Degree of conversion and mechanical properties of a BisGMA:TEGDMA composite as a function of the applied radiant exposure. **J. Biomed. Mater. Res. Part B**, v.84B, p.503-09, 2008.

CAUGHMAN, W.F. et al. Correlation of cytotoxicity, filler loading and curing time of dental composites. **Biomaterials**, v.12, n.8, p.737-40, Oct., 1991.

CAVALCANTE, A.N.; MITSUI, F.H.O.; AMBROSANO, G.M.B.; MATHIAS, P.; MARCHI, G.M. Effect of different mouthrinse on Knoop hardness of a restorative composite. **Am. J. Dent.**, v.18, p.338-40, 2005.

CHUNG, K.H.; GREENER, E.H. Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. **J. Oral Rehabil.**, v.17, n.5, p.487-94, 1990.

CONDON, J. R.; FERRACANE, J. L. Reduction of composite contraction stress through non-bonded microfiller particles. **Dent. Mater.**, Copenhagen, v. 14, p. 256-260, July 1998.

CONSANI, S.; PEREIRA, S.B.; SINHORETI, M.A.C.; CORRER SOBRINHO, L. Efeito dos métodos de fotoativação e de inserção sobre a dureza de resinas compostas. **Pesqui. Odontol. Bras.**, v.16, n.4, p.355-60, 2002.

COOK, W.D.; BEECH, D.R.; TYAS, M.J. Resin-based restorative materials-a review. **Aust. Dent. J.**, v.29, n.5, p.291-5, 1984.

CORRER SOBRINHO, L.; LIMA, A.A.; CONSANI, S.; SINHORETI, M.A.C.; KNOWLES, J.C. Influence of curing tip distance on composite Knoop Hardness Values. **Braz. Dent. J.**, v.11, n.1, p.11-7, 2000.

DeWALL, J.P.; FERRACANE, J.L. A comparasion of mode of evaluating depth of cure of light-activated composite. **J. Dent. Res.**, v.66, n.3, p.727-30, 1987.

DUNN, W.J.; BUSH, A.C. A comparasion of polymerization by light-emiting diode and halogen-based light-curing units. **J. Am. Dent. Assoc.**, v.133, n.3, p.335-41, 2002.

ELIADES, G.C.; VOUGIOUKASKIS, G.J.; CAPUTO, A.A. Degree of double bond conversion in light-cured composite. **Dent. Mater.**, v.3, n.1, p.19-25, 1987.

ERNEST, C. P.; MEYER, G. R.; MÜLLER, J.; AHLERS, M. O.; WILLERSHAUSEN, B. Depth of cure of LED vs. QTH light-curing devices at a distance of 7mm. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 81, 2003. (Resumo AADR n.1219)

ERSOY, M.; CIVELEK, A.; L'HOTELIER, E.; SAY, E.C.; SOYMAN, M. Physical properties of different composite. **Dent. Mater. J.**, v.23, n.3, p.278-83, 2004.

FAN, P.L.; SCHUMACHER, R.M.; AZZOLIN, K.; GEARY, R.; EICHMILLER, F.C. Curing-light intensity and depth of cure of resin-based composite tested according to international standards. **J. Am. Dent. Assoc.**, v.133, n.4, p.429-34, 2002.

FERRACANE, J.L.; GREENER, E.H. Fourier Transform infrared analyses of degree of polymerization in unfilled resins – Methods comparison. **J. Dent. Res.**, v.63, n.8, p.1093-5, 1984.

FERRACANE, J.L. Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. **Dent. Mater.**, v.1, n.1, p.11-4, 1985.

FERRACANE, J.L.; GREENER, E.H. The effect of resin formulation on the degree of conversion and mechanical properties of dental restorative resins. **J. Biomed. Mater. Res.**, v.20, n.1, p.121-31, 1986.

FERRACANE, J. L.; BERGE, H. X.; CONDON, J. R. In vitro aging of dental composites in water – effect of degree of conversion, filler volume, and filler/matrix coupling. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v. 42, n. 3, p. 465- 72, 1998.

FILIPOV, I.A.; VLADIMIROV, S.B. Residual monomer in a composite resin after light-curing with different sources, light intensities and spectra of radiation. **Braz. Dent. J.**, v.17, n.1, p.34-8, 2006.

FINE, D.H.; MARKOWITZ, K.; FURGANG, D.; GOLDSMITH, D.; CHARLES C.H.; LISANTE, T.A.; LYNCH, M.C. Effect of an essential oil-containing antimicrobial mouthrinse on specific plaque bacteria in vivo. **J. Clin. Periodontol.**, v.34, n.8, p.652-7, 2007.

GÖPFERICH, A. Mechanisms of polymer degradation and erosion. **Biomaterial**, v.24, p.244-6, 1996.

GURDAL, P.; GUNIZ, B.A.; HAKAN, S.E.B. The effects of mouthrinses on microhardness and colour stability of aesthetic restorative materials. **J. Oral Rehabil.**, v.29, p.895-901, 2002.

GÜRGAN, S.; ÖNEM, A.; KÖPRÜLÜ, H. In vitro effects of alcohol-containing and alcohol-free mouthrinses on microhardness of some restorative. **J. Oral Rehabil.**, v.24, p.244-46, 1997.

HALVORSON, R.H.; ERICKSON, R.L.; DAVIDSON, C.L. Energy dependent polymerization of resin-based composite. **Dent. Mater.**, v.18, n.6, p.463-9, 2002.

HANSEN, E.K.; ASMUSSEN, E. Visible-light units: correlation between depth of cure and distance between exit window and resin surface. **Acta Odont. Scand.**, v.55, n.3, p.162-6, 1997.

HASLER C.; ZIMMERLI, B. LUSI, A. curing capability of halogen and LED light curing units in deep class II cavities in extracted human molars. **Oper. Dent.**, v.3, n.31, p.354-63, 2006.

HAYAKAWA, T.; KIKUTAKE, K.; NEMOTO, K. Effectiveness of the addition of water-soluble photoinitiator into the self-etching primers on adhesion of a resin composite to polished dentin and enamel. **Dent. Mater. J.**, Tokyo, v.18, n.3, p.324-333, 1999.

KANCA, J. Visible light-activated composite resin for posterior use – a comparison of surface hardness and uniformity of cure. Update. **Quintessence Int.**, v.16, n.10, p.687-90, 1985.

KANCA, J. Laboratory evaluation of LED lights. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 81, 2003.
(Resumo AADR n. 38)

KNOBLOCH, L.A.; KERBY, R.E.; CLELLAND, N.; LEE, J. Hardness and degree of conversion of posterior packable composite. **Oper. Dent.**, v.29, n.6, p.642-9, 2004.

KOPECKY, J. **Organic photochemistry**: a visual approach. Brookville: VCH Publisher Inc., 1991. 285p.

KORAN, P.; KURSCHNER, R. Effect of sequential versus continuous irradiation of a light cured resin composite on shrinkage, viscosity, adhesion and degree of polymerization. **Am. J. Dent.**, San Antonio, v.11, n.1, p.17-22, feb.,1998.

KURACHI, C.; TUBOY, A.M; MAGALHÃES, D.V; BAGNATO, V.S. Hardness evolution of dental composite polymerized with experimental LED-based devices. **Dent. Mat.**, v.17, n.4, p.309-15, Jul., 2001.

LEE, Y.K.; ELZAWAHRY, M.; NOAMAN, K.M.; POWERS, J.M. Effect of mouthwash and accelerated aging on the color stability of esthetic restorative materials. **Am. J. Dent.**, v.13, n.3, p.159-61, 2000.

LELOUP, G.; HOLVOET, P.E.; BEBELMAN, S.; DEVAUX, J. Raman scattering determination of the depth of cure light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters. **J. Oral Rehabil.**, v.29, n.6, p.510-5, 2002.

LEONARD, D.L.; CHARLTON, D.G.; ROBERTS, H.R. HILTON, T.J. ZIONIC, A. Determination of the minimum irradiance required for adequate polymerization of a hybrid and a microfill composite. **Oper. Dent.**, v.26, n.2, p.176-80, 2001.

LEONARD, D.L.; CHARLTON, D.G.; ROBERTS, H.W.; COHEN, M.E. Polymerization efficiency of LED curing lights. **J. Esthet. Restor. Dent.**, v.14, n.5, p.286-95, sept., 2002.

LINDEBERG, A; PEUTZFELDT, A; DIJIKEN, J.W.V. Effect of power density of curing unit, exposure duration, and light guide distance on composite depth cure. **Clin. Oral Invest.**, v.9, p.71-76, 2005.

LOHBAUER, U.; RAHIOTIS, C.; KRÄMER, N.; PETSCHT, A.; ELIADES, G. The effect of different light-curing units on fatigue behavior and degree of conversion of a resin composite. **Dent. Mater.**, v.21, n.7, p.608-15, 2005.

LOVELL, L.G.; NEWMAN, S.M.; BOWMAN, C.N. The effects of light intensity, temperature, and comonomer composition on the polymerization behavior of dimethacrylate dental resin. **J. Dent. Res.**, v.78, n.8, p.1469-76, 1999.

LOVELL, L.G.; BERCHTOLD, K.A.; ELLIOTT, J.E.; LU, H.; BOWMAN C.N. Understanding the kinetics and network formation of dimethacrylate dental resins. **Polym. Adv. Technol.**, v.12, n.6, p.335-45, 2001.

LUNDIN, S.A.; KOCH, G. Cure profiles of visible-light-cured Class II composite restorations *in vivo* and *in vitro*. **Dent. Mater.**, v.8, p.7-9, jan., 1992.

MANGA, R.K.; CHARLTON, D.G.; WAKEFIELD, C.W. In vitro evaluation of a curing radiometer as a predictor of polymerization depth. **Gen. Dent.**, v.43, n.3, p.241-3, 1995.

MARTINS, F.; DELBEM, A.C.B.; SANTOS, L.R.A.; SOARES, H.L.O.; MARTINS; E.O.B. Microdureza de resinas em função da cor e luz halógena. **Pesq. Odontol. Bras.**, v.16, n.3, p.246-50, 2002.

MASUDA, M.S.; MALUF, W.I.; MUENCH, A. Dureza Knoop de resinas compostas em função do tempo de irradiação, das espessuras das camadas, da idade e da profundidade. **Revis. Pós Grad.**, v.6, n.1, p.25-35, 1999.

MEHL, A.; HICKEL, R.; KUNZELMANN, K.H. Physical properties and gap formation of light-cured composites with and without softstart-polymerization. **J. Dent.**, v.25, n.3-4, p.321-330, 1997.

MELLO, M.A.; MOYSES, M.R.; RIBEIRO, J.C.R.; REIS, A.C. FLORES, V.H.O. Influência de las unidades de curada LED y luz halógena sobre la resistência compressiva de las resinas compuestas. **Acta. Odont. Venez.**, v.45, p. 241-45, 2007.

MILLS, R. W.; UHL, A.; BLACKWELL, G. B.; JANDT, K. D. High power light emitting diode (LED) arrays versus halogen light polymerization of oral biomaterials: barcol hardness, compressive strength and radiometric properties. **Biomaterials**, Guildford, v. 23, p. 2955-63, 2002.

NAKFOOR, B.; YAMAN, P.; DENNISON, J.; HERRERO, A. Effect of a light-emitting diode on composite polymerization shrinkage and hardness. **J Esthet. Restorative Dent.**, v.17, n.2, p.110-6, 2005.

NEUMANN, M.G.; MIRANDA Jr., W.G.; SCHMITT, C.C.; RUEGGBERG, F.A.; CORREA, I.C. Molar extinction coefficients and the photon absorption efficiency of dental photoinitiators and light curing units. **J. Dent.**, v.33, p.525-32, 2005.

NEUMANN, M.G.; SCHMITT, C.C.; FERREIRA, G.C.; CORREA, I.C. The initiating radical yields and the efficiency of polymerization for various dental photoinitiators excited by different light curing units. **Dent. Mat.**, v.22, p.576-84, 2006.

NEVES, A.D.; DISCACCIATI, J.A.C.; ÓREFICE, R.L.; JANSEN, W.C. Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. **Pesq. Odontol. Bras.**, v.16, n.4, p.349-54, 2002.

NICHOLLS, J. I. Polymerization lights – light energy and wavelength. **Quintessence Int.**, v. 31, n. 9, p. 688-9, 2001.

NOMOTO, R.; HIRASAWA, T. Residual monomer and pendant methacryloyl group in light-cured composite resins. **Dent. Mater. J.**, v.11, n.2, p.177-88, 1992.

NOMURA, Y.; TESHIMA, W.; TANAKA, N.; YOSHIDA.; NAHARA, Y. OKAZAKI,M. Thermal analysis of dental resins cured with blue light-emitting diodes (LEDs). **J. Biomed. Mater. Res.**, v.63, n.2, p.209-13, Apr. 2002.

OKADA, K.; TASAKI, S.; HIROTA, K.; HUME, W.R. Surface hardness change of restorative materials stored in saliva. **Dent. Mater.**, n.17, p.34-9, 2001.

PENUGONDA, B.; SETEMBRINI, L.; SCHERER, W.; HITTELLMAN, E.; STRASSLER, H. Alcohol-containing mouthwashes: effect on composite hardness. **J. Clin. Dent.**, v.5, p.60, 1994.

PEREIRA, S.K. Intensidade de luz e profundidade de polimerização de aparelhos fotopolimerizadores. **Rev. Assoc. Paul. Cir. Dent.**, v.51, n.3, p.257-60, maio/jun., 1997.

PEUTZFELDT, A. Resin composites in dentistry: the monomer systems. **Eur. J. Oral. Sci.**, Copenhagen, v. 105, n. 2, p. 97-116, Apr. 1997.

PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN E. The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties, and in vitro wear of two resin composites. **J. Dent.**, n.28, p.447-52, 2000.

PEUTZFELDT, A.; ASMUSSEN E. Resin composite properties and energy density of light cure. **J. Dent. Res.**, v.84, n.7, p.659-62, 2005.

PHILLIPS, R.W. **Materiais Dentários de Skinner**. 7^a ed. Interamericana, 1978.

PIANELLI, C.; DEVAUX, J.; BEBELMAN, S.; LELOUP, G. The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of lightactivated. **J. Biomed. Mater. Res.**, New York, v. 48, n. 5, p. 675-81, 1999.

PILO, R.; CARDASH, H.S. Post-irradiation polymerization of different anterior and posterior visible light-activated resin composite. **Dent. Mater.**, v.8, n.5, p.299-304, 1992.

PIRES, J.A.F.; CVITKO, E.; DENEHY, G.E.; SWIFT, J.R.E.J. Effects of curing tip distance on light intensity and composite resin microhardness. **Quintessence Int.**, v.24, n.7, p.517-21, 1993.

PRINCE, R.B.T.; FELIX, C.A.; ANDREOU, P. Effects of resin composite composition and irradiation distance on the performance of curing lights. **Biomaterials**, v.25, p.4465-77, 2004.

PORCHE, C.; BURGESS, J.O. Hardness of eight composites cured with a PAC, a QTH and three LED curing lights. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 81, 2003. (Resumo AADR n. 278)

RAMP, L.C., BROOME, J.C., RAMP, M.H. hardness and wear resistance of two resin composite cured with equivalent radiant exposure from o low irradiance LED and QTH light-curing units. **Am. J. Dent.**, v.19, p.31-36, 2006.

REIS, A; LOUGUEIRO, A.D. **Materiais Dentários. Restauradores Diretos**. Ed. Santos, São Paulo, 2007, 423p.

RODE, K.M.; KAWANO, Y.; TURBINO, M.L. Evalution of curing light distance on resin composite microhardness and polymerization. **Oper. Dent.**, v.36, n.6, p. 571-8, 2007.

RUEGGEBERG, F.A. Contemporary issues in photocuring. **Compendium**, New Town, v. 20, n. 25, p. 4-15, 1999. Suplemento 25.

RUEGGEBERG, F.A.; CRAIG R.G. Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in light-curing composite. **J. Dent. Res.**, v.67, n.6, p.932-7, Jun., 1988.

RUEGGEBERG, F.A.; CAUGHMAN, W.F.; CURTIS, J.R.J.W. Effect o light intensity and exposure duration on cure of resin composite. **Oper. Dent.**, v.19, n.1, p.26-32, 1994.

RUEGGEBERG, F.A.; CAUGHMAN, W.F.; CHAN, D.C. Novel approach to measure composite conversion kinetics during exposure with stepped or continuous light-curing. **J. Esthet. Dent.**,v.11, n.4, p.197-205, 1999.

RUEGGEBERG, F.A.; ERGLE, J.W.; METTENBURG, D.J. Polymerization depths of contemporary light-curing units using microhardness. **J. Esthtet. Dent.**, v.12, n.6, p.340-9, 2000.

RUEGGEBERG, F. A.; HACKMAN, S. T. LED light power loss with repeated exposure. **J. Dent. Res.**, Chicago, v. 81, 2003. (Resumo AADR n. 635)

RUYTER, I.E.; OYSAED, H. Composites for use in posterior teeth: composition and conversion. **J. Biomed. Mater. Res.**, v. 21, n. 1, p. 11-23, 1987.

RYGE, G.; FOLEY, D.E.; FAIRHURST, C.W. Micro-indentation hardness. **J. Dent. Res.**, v.40, n.6, p.1116-26, 1961.

SANTOS, L.A.; TURBINO, ML, YOUSSEF MN, MATSON E. microdureza de resina composta: efeito de aparelhos e tempos de polimerização em diferentes profundidades. **Pesq. Odontol. Bras.**, v.14, n.1, p.65-70, 2000.

SANTOS, G.B.; MEDEIROS, I.S.; FELLOWS, C.E.; MUENCH, A.; BRAGA, R.R. Composite depth of cure obtained with QTH and LED units assessed by microhardness and micro-raman spectroscopy. **Oper. Dent.**, v.31, n.1, p.79-83, 2007.

SAY, E.C.; CIVELEK, A.; NOBECOURT, A.; ERSOY, M.; GULERYUZ, C. Wear and microhardness of different resin composite materials. **Oper. Dent.**, v.28, n.5, p.678-84, 2003.

SHEENS, S.; ADDY, M. An "in vitro" evaluation of the availability of cetylpyridinium chloride and chlorhexidine in the some commercially available mouthrise products. **Br.Dent. J.**, v.194, n.4, p.207-10, fev., 2003.

SIDERIDOU, I.; TSERKI, V.; PAPANASTASIOU, G. Effect of chemical structure on degree of conversion in light-cured dimethacrylate-based dental resins. **Biomaterials**, v. 23, p. 1819-1829, 2002.

SILIKAS, N.; ELIADES, G.; WATTS, D.C. Light intensity effects on resin-composite degree of conversion and shrinkage strain. **Dent. Mater.**, n.16, p.292-6, 2000.

SOARES, L.E.S.; LIPORONI, P.C.S.; MARTIN, A.A. The effect of soft-start polymerization by second generation LEDS on the degree of conversion of resin composite. **Oper. Dent.**, v.32, n.2, p.160-5, 2007.

SOH, M.S.; YAP, A.U.J; YU T.; SHEN, Z.X. Analysis of the degree of conversion of LED and halogen lights using micro-Raman spectroscopy. **Oper. Dent.**, v.29, n.5, p.571-7, 2004.

STANSBURY, J.W.; DICKENS, S.H. Determination of double bond conversion in dental resins by near infrared spectroscopy. **Dent. Mater.**, v.17, n.1, p.71-79, Jan. 2001.

TARLE, Z.;MENIGA, A.; KNEZEVIC, A.; SUTALA, L.; RISTIC, M.; PICHLER, G. Composite conversion and temperature rise using a convencional, plasma arc, and an experimental blue LED curing unit. **J. Oral Rehab.**, n.29, p.662-7, 2002.

TATE, W.H.; PORTER, K.H.; DOSCH, R.O. Successful photocuring: don't restore without it. **Oper. Dent.**, v.24, n.2, p.109-14, 1999.

TORNO, V.; SOARES, P.; MARTINS, J.M.H.; MAZUR, R.F.; SOUZA, E.M.; VIEIRA,S. Effect of irradiance, wavelength, and thermal emission of different light curing units on the knoop and Vickers hardness of a composite resin. **J. Biomed. Mater. Res.**, v.85B, p.166-71, 2008.

TSUDA, H.; ARENDS, J. Raman Spectroscopy in dental research: a short review of recent studies. **Adv. Dent. Res.**, v.11, n.4, p.539-47, 1997.

VANDERWALLE, K.S.; ROBERTS, H.W.; RUEGGEBERG, F.A. Powers distribution across the face of diferernt light guides and its effect on composite surface microhardness. *J. Esthet. Restor. Dent.*, v.20, p. 108-118, 2008.

VENTURINI, D.; CENCI, M.S.; DEMARCO, F.F.; CAMACHO, G.B.; POWERS, J.M. Effect of polishing techniques and time on surface roughness, hardness and microleakage of resin composite restorations. **Oper. Dent.** , v.31, n.1, p.11-17, 2006.

WATTS, D.C. Kinetic mechanism of visible-light-cured resin and resin-composites. **Trans. Acad. Dent. Mater.**, v.5, p.80-112, 1992.

WATTS, D.C.; AMER, O.M.; COMBE, E.C. Surface hardness development in light-cured composites. **Dent. Mater.**, v.3, n.5, p.265-9, 1987.

YAP, A.U.J.; CHANDRA, S.P.; CHUNG, S.M.; LIM, C.T. Changes in flexural properties of composite restoratives after aging in water. **Oper. Dent.**, v.27, p.468-74, 2002. (apud Cavalcante, 2005)

YOON, H.H.; LEE, Y.K.; LI, B.S.; KIM, C.W. Degree of polymerization of resin composite by different light sources. **J. Oral. Rehabil.**, v.29, n.12, p.1165-73, dec., 2002.

APÊNDICE

APÊNDICE A – Tabela do cálculo do grau de conversão para resina Charisma. Espectros obtidos por Espectroscopia Raman

$$R_{\text{uncured}} : \frac{9,01}{9,52} = 0,94$$

Amostra	$\frac{\text{C-C}}{\text{C=C}}$	R_{cured}	$\frac{R_{\text{cured}}}{R_{\text{uncured}}}$		$1 - \frac{R_{\text{cured}}}{R_{\text{uncured}}}$	GC (%)
CCL 5A	5,88	0,43	0,43	0,43	1-0,43	56
	14,35		0,94			
CCL 6B	6,47	0,39	0,39	0,41	1-0,41	58
	16,55		0,94			
CCL 6C	7,22	0,42	0,42	0,44	1-0,44	55
	17		0,94			
CCQ 6A	10	0,37	0,37	0,38	1-0,38	61
	27		0,94			
CCQ 6B	8,23	0,4	0,4	0,42	1-0,42	57
	20,22		0,94			
CCQ 6C	6,9	0,28	0,28	0,29	1-0,29	70
	24,25		0,94			
CLL 3A	6,46	0,32	0,32	0,33	1-0,33	66
	20,17		0,94			
CLL 3B	6,44	0,46	0,46	0,48	1-0,48	57
	13,86		0,94			
CLL 3C	8,1	0,40	0,40	0,42	1-0,42	57
	19,96		0,94			
CLQ 6A	5,25	0,26	0,26	0,28	1-0,28	71
	19,56		0,94			
CLQ 6B	7,63	0,28	0,28	0,29	1-0,29	70
	27,2		0,94			
CLQ 6C	7,1	0,28	0,28	0,30	1-0,30	69
	24,69		0,94			
CSQ 4A	6,81	0,32	0,32	0,34	1-0,34	65
	20,8		0,94			
CSQ 4B	8,25	0,33	0,33	0,34	1-0,34	65
	24,9		0,94			
CSQ 4C	7	0,33	0,33	0,34	1-0,34	65
	27,21		0,94			
CSL 5A	10,01	0,34	0,34	0,36	1-0,36	63
	8,72		0,94			
CSL 5B	9,84	0,39	0,39	0,41	1-0,41	48
	24,84		0,94			
CSL 5C	10,44	0,35	0,35	0,37	1-0,37	62
	29,63		0,94			

APÊNDICE B – Tabela do cálculo do grau de conversão para resina Z100. Espectros obtidos por Espectroscopia Raman

$$R_{\text{uncured}} : \frac{11,35}{12,38} = 0,91$$

Amostra	$\frac{\text{C-C}}{\text{C=C}}$	R_{cured}	$\frac{R_{\text{cured}}}{R_{\text{uncured}}}$		$1 - \frac{R_{\text{cured}}}{R_{\text{uncured}}}$	GC (%)
ZCL 3A	5,45	0,44	0,44	0,46	1-0,46	51
	12,37		0,91			
ZCL BB	3,19	0,43	0,43	0,47	1-0,47	52
	14,29		0,91			
ZCL 3C	6,3	0,47	0,47	0,49	1-0,49	51
	13,4		0,91			
ZCQ 5A	6,32	0,42	0,42	0,46	1-0,46	53
	15,01		0,91			
ZCQ 5B	7,26	0,43	0,43	0,47	1-0,47	52
	16,78		0,91			
ZCQ 5C	7,89	0,49	0,49	0,54	1-0,54	45
	16,0		0,91			
ZLL 4A	6,74	0,47	0,47	0,51	1-0,51	48
	14,32		0,91			
ZLL 4B	9,54	0,51	0,51	0,56	1-0,56	43
	18,62		0,91			
ZLL 4C	6,05	0,48	0,48	0,52	1-0,52	47
	12,48		0,91			
ZLQ 1A	8,17	0,46	0,46	0,51	1-0,51	48
	17,54		0,91			
ZLQ 1B	4,03	0,31	0,31	0,32	1-0,32	67
	13,57		0,91			
ZLQ 1C	7,59	0,46	0,46	0,51	1-0,51	48
	16,27		0,91			
ZSQ 4A	9,31	0,36	0,36	0,39	1-0,39	60
	25,74		0,91			
ZSQ 4B	8,94	0,4	0,4	0,44	1-0,44	55
	22,25		0,91			
ZSQ 4C	9,33	0,38	0,38	0,42	1-0,42	57
	24,48		0,91			
ZSL 7A	7,16	0,39	0,39	0,43	1-0,43	56
	18,17		0,91			
ZSL 7B	7,58	0,53	0,53	0,58	1-0,58	41
	14,23		0,91			
ZSL 7C	4,2	0,39	0,39	0,43	1-0,43	56
	10,61		0,91			

APÊNDICE C – Tabela do cálculo do grau de conversão para resina Filtek Supreme.

Espectros obtidos por Espectroscopia Raman

$$R_{\text{uncured}} : \frac{7,12}{9,68} = 0,73$$

Amostra	$\frac{C-C}{C=C}$	R_{cured}	$\frac{R_{\text{cured}}}{R_{\text{uncured}}}$		$1 - \frac{R_{\text{cured}}}{R_{\text{uncured}}}$	GC (%)
SCL 2A	4,11	0,43	0,43	0,6	1-0,6	39
	9,38		0,73			
SCL 2B	4,48	0,43	0,43	0,59	1-0,59	40
	10,32		0,73			
SCL 2C	5,65	0,44	0,44	0,61	1-0,61	38
	12,65		0,73			
SCQ 5A	5,11	0,24	0,24	0,33	1-0,33	66
	20,84		0,73			
SCQ 5B	5,18	0,29	0,29	0,40	1-0,40	60
	17,38		0,73			
SCQ 5C	4,97	0,30	0,30	0,41	1-0,41	58
	16,43		0,73			
SLL 3A	6,25	0,29	0,29	0,40	1-0,40	60
	21,35		0,73			
SLL 3B	7,02	0,34	0,34	0,47	1-0,47	52
	20,13		0,73			
SLL 3C	9,59	0,41	0,41	0,57	1-0,57	42
	22,91		0,73			
SLQ 7A	4,65	0,25	0,25	0,35	1-0,35	64
	18,13		0,73			
SLQ 7B	7,15	0,36	0,36	0,49	1-0,49	50
	19,6		0,73			
SLQ 7C	7,44	0,35	0,35	0,49	1-0,49	50
	20,7		0,73			
SSQ 3A	11,6	0,29	0,29	0,39	1-0,39	60
	40,72		0,73			
SSQ 3B	7,57	0,33	0,33	0,46	1-0,46	53
	22,4		0,73			
SSQ 3C	7,43	0,29	0,29	0,4	1-0,4	59
	24,9		0,73			
FSL 5A	6,10	0,32	0,32	0,44	1-0,44	55
	18,7		0,73			
FSL 5B	7,40	0,30	0,30	0,42	1-0,42	57
	23,9		0,73			
FSL 5C	7,96	0,34	0,34	0,47	1-0,47	52
	22,89		0,73			

Silva, F.R.G. **Efeito da fonte de luz e enxaguatórios bucais na microdureza longitudinal de resinas compostas diretas.** Análise complementar por espectroscopia Ramam. 2009. 172f. Tese (Doutorado) – Faculdade de Odontologia de Ribeirão Preto, Universidade de São Paulo, Ribeirão Preto, 2009.

ERRATA

Folha	Linha	Onde se lê	Leia-se
17	9	influenciada	influenciado
18	21	compômeros	compósitos
19	7	apartir	a partir
19	10	proporcinando	proporcionando
20	4	influenciada	influenciado
20	11	avaliam	avaliaram
21	1	processo reacional	reação de polimerização
61	19	A potência	O comprimento de onda
69	3	fotopolimerizáveis	fotopolimerizáveis
71	4	Tipo de partícula	Tamanho de partícula
71	14	Diiodo emissor De luz	Diodo emissor de luz
73	10	F ₁ - Luz Halógena	F ₁ - Diodo Emissor de Luz
73	11	F ₂ - Diiodo Emissor de Luz	F ₂ - Luz Halógena
75	1	A resina foi introduzida e condensada em camadas incrementais de 2mm cada	A resina foi introduzida, condensada e fotopolimerizada em camadas incrementais de 2mm cada
75	5	(Figura 3)	
75	15	de acordo com o tempo determinado	por 40 segundos, de acordo com o tempo determinado
76	6	em recipientes de plástico - Ependorfs de 1,5ml de volume, onde foram imersos em saliva artificial, até o momento de serem submetidos às agitações	em recipientes de plástico (Ependorfs) com 1,5ml de saliva artificial até o momento de serem submetidos às agitações com diferentes

80	1	Parâmetros	parâmetros
83	3	Resultados de microdureza	Resultados de microdureza (VHN)
84	16	(p=0,5)	(p≤0,05)
85	18	*p≤0,5	* significância ao nível de 5% (p ≤ 0,05)
92	19	*p≤0,5	* significância ao nível de 5% (p ≤ 0,05)
93	7	Fonte	fonte
94	6	144	144,76
95	2	A análise da Tabela 13 de médias para a interação Fonte x Solução demonstra que a Fonte QTH determinou maiores médias de microdureza para todas as soluções	A análise da Tabela 13 de médias para a interação Fonte x Solução demonstra que a Fonte QTH determinou maior média de microdureza para a solução Cepacol, que as demais soluções
96	1	Fonte, no	Fonte, não
98	20	*p≤0,5	* significância ao nível de 5% (p ≤ 0,05)
100	8	valores	Valor
105	5	resumo da análise de variância observou-se que houve efeito	a análise de variância indicou ter havido efeito
105	19	*p≤0,5	* significância ao nível de 5% (p ≤ 0,05)
108	11	R3	M3
112	5	nas tabelas	na tabela
113	22	foram selecionados	foi selecionado
114	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
116	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento

118	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
119	2	significante	significante
120	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
122	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
124	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
126	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
128	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
130	para todas as figuras	Absorbância (%)	Intensidade de Espalhamento
135	19	estudo, no presente estudo foi empregado o tempo de armazenamento de 24 horas em saliva artificial, o que representa o tempo de pós-polimerização, sendo realizados 3 bochechos por um minuto, respectivamente, a cada 6 horas e posteriormente polidos.	estudo. No presente estudo foi empregado o tempo de armazenamento de 24 horas em saliva artificial, o que representa o tempo de pós-polimerização. Posteriormente foram realizados 3 bochechos por um minuto, respectivamente, a cada 6 horas seguido de polimento.

136	1	realizou	Realizaram
136	2	imergiu	imergiram
136	4	considera	consideram
136	4	sussetibilidade	suscetibilidade
136	11	densidade de energia	densidade de potência
136	12	relacionado	relacionada
137	18	das partículas	pelas partículas
139	23	emitiam	emitiram
141	1	concluiu	concluíram
141	14	procentagem	porcentagem
148	2	A resina Z100 apresentou os maior microdureza que a resina Filtek Supreme e Charisma	A resina Z100 apresentou maior microdureza, seguida da Filtek Supreme e, finalmente, da Charisma
148	13	resinas analisadas.	resinas analisadas e o Listerine não atrapalhou a progressão de presa.