Aline Bassi Denis

**FOTOATIVAÇÃO DE RESINA COMPOSTA POR
DIFERENTES FONTES DE LUZ E AVALIAÇÃO DA
PROFUNDIDADE DE POLIMERIZAÇÃO POR DIVERSOS
MÉTODOS.**

Dissertação apresentada ao Programa de Pós-Graduação da Interunidades em Bioengenharia - Escola de Engenharia de São Carlos/ Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto/ Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Bioengenharia.

Orientadora: Profa. Dr. Ana Maria de Guzzi Plepis

**São Carlos
2007**

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 preparada pela Seção de Tratamento
da Informação do Serviço de Biblioteca – EESC/USP

B318e	<p>Denis, Aline Bassi</p> <p>Fotoativação de resina composta por diferentes fontes de luz e avaliação da profundidade de polimerização por diversos métodos / Aline Bassi Denis ; orientador Ana Maria de Guzzi Plepis. -- São Carlos, 2007.</p> <p>Dissertação (Mestrado - Programa de Pós-Graduação em Bioengenharia e Área de Concentração em Biomateriais) -- Escola de Engenharia de São Carlos, Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto e Instituto de Química de São Carlos da Universidade de São Paulo.</p> <p>1. Materiais dentários. 2. Resinas compostas. 3. Espectroscopia infravermelho transformada de Fourier (FTIR). 4. Dureza. 5. Profundidade de polimerização. I. Título.</p>
-------	---

Dedicatória

DEDICATÓRIA

A Deus,

por me abençoar e estar sempre presente em minha vida me dando força, coragem, determinação, paciência e vontade de vencer.

A meus pais Geraldo e Ivone,

que sempre acreditaram em meus sonhos e sempre me incentivaram em todos os momentos de minha vida, sendo para mim um exemplo a ser seguido pela humildade, perseverança e honestidade.

A meus irmãos, Eduardo e Anali, e minha cunhada Gisele,

pelo companheirismo e incentivo, sempre me apoiando com muito carinho.

A minha sobrinha e afilhada Isabella,

pela felicidade e alegria que ela proporciona em minha vida.

E finalmente a meu marido Mauricio,

meu grande amor, companheiro, paciente, dedicado e que esteve comigo, lado a lado, nessa jornada de nossas vidas e que com muito amor e carinho, me apoiou e ajudou, em todos os momentos, na realização desse trabalho.

Agradecimentos especiais

AGRADECIMENTOS ESPECIAIS

A minha orientadora Profa. Ana Plepis,

que é um exemplo de humildade, honestidade, transparência e que, com a sua calma e paciência, me orientou durante o mestrado, agradeço os ensinamentos e a confiança depositada em mim.

A meus sogros Joaquim e Vera,

que me acolheram em sua casa e me trataram como uma filha, não medindo esforços para me ajudar, gostaria de expressar meu eterno respeito e gratidão à vocês.

A Profa. Alessandra Rastelli,

que se mostrou uma verdadeira amiga me orientando em muitos momentos e sendo um exemplo de determinação e humildade a ser seguido, conquistando meu respeito e admiração.

Agradecimientos

AGRADECIMENTOS

- Ao Programa de Pós-graduação Interunidades em Bioengenharia da Escola de Engenharia de São Carlos/ Faculdade de Medicina de Ribeirão Preto/ Instituto de Química de São Carlos, em especial aos professores e funcionários: Prof. Pereira, Prof. Rollo, Prof. Orivaldo, Prof. José Marcos, Nelson e Janete e colegas Lourdes, Silveria e Ana Rosa.
 - Ao laboratório de Bioquímica e Biomateriais do Instituto de Química de São Carlos em especial a Virginia, Thelma, Fabiana, Marília e Fátima, que sempre se mostraram receptivas e me ajudaram em muitos momentos durante o mestrado.
 - A Maurinho, do laboratório do infravermelho do IQSC, que me ajudou muito no teste de FT-IR.
 - A Pedro, do laboratório de transformação de fases da EESC, que me ajudou no teste de dureza e ao Prof. Rollo, que disponibilizou a utilização desse equipamento.
 - Ao Grupo de Óptica do IFSC coordenado pelo Prof. Vanderlei Bagnato e alunos: Denis, Dirceu, Mardoqueu, que me ajudaram e disponibilizaram os equipamentos para serem utilizados neste trabalho (laser de argônio, LED e espectrofotômetro para o teste de espectroscopia de fluorescência, entre outros).
 - À empresa 3M-ESPE pelas resinas.
 - À empresa Labordental pelo empréstimo do aparelho de lâmpada halógena Optilux 501/ Demetron-Kerr.
 - À empresa DMC pelo empréstimo do aparelho fotoativador de LED Ultrablue IS, aonde foi utilizado em pesquisas paralelas durante o mestrado.
 - Aos Professores Jorge Oishi da UFSCAR e Lauris da FOB- USP, pela realização de análises estatísticas durante o mestrado.
 - Às funcionárias da biblioteca da EESC, pelas orientações.
-

- À Universidade de São Paulo e a todos os funcionários que me ajudaram na realização do mestrado.
 - A meus cunhados Américo e Ricardo, e ao sobrinho Matheus, pelo apoio.
 - Ao CNPq pelo apoio financeiro durante a realização do mestrado, que foi essencial para o seu desenvolvimento.
 - À Pró- Reitoria de Pós-graduação da Universidade de São Paulo, pelo auxílio no congresso da Academy of Dental Materials (ADM) - São Paulo.
 - A Tatiana Vanzo, que me ajudou na correção do abstract e painel do IADR.
 - A Fabiana Polido, minha grande amiga, que me ajudou na correção do abstract da dissertação.
 - A Alcíone que me ajudou na correção gramatical da dissertação.
 - A Cristina que me ajudou na formatação da dissertação.
 - À FOAR/UNESP que disponibilizou a utilização do microdurometro em Araraquara.
 - A Alexandre Gatti, da Química de Araraquara – UNESP, pelo espectro da canforoquinona.
 - Aos colegas da Austrália e ao colégio Global Village e, em especial, aos homestays Michael e Sherrie que nos ajudaram na preparação da apresentação oral do trabalho na reunião anual do International Association for Dental Research (IADR).
 - A Profa. Maria Cecília Veronezi, da USC de Bauru, que me incentivou na realização do mestrado e sempre foi um exemplo de professora para mim.
 - A todos os colegas, amigos e parentes que me ajudaram diretamente ou indiretamente na realização do mestrado, e em especial, a Cátia.
-

“Tudo vale a pena se a alma não é pequena”
Fernando Pessoa

RESUMO

DENIS, A. B. **Fotoativação de resina composta por diferentes fontes de luz e avaliação da profundidade de polimerização por diversos métodos.** 2007. 97f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação da Interunidades em Bioengenharia (EESC/FMRP/IQSC), Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

A polimerização adequada da resina composta está diretamente relacionada com o sucesso e longevidade das restaurações. Procurando esclarecer a efetividade das fontes de luz na fotoativação, foram realizados estudos laboratoriais, verificando a profundidade de polimerização (1, 2 e 3 mm) da resina composta Filtek Supreme 3M-ESPE, por meio de diferentes análises como: grau de conversão monomérica por espectroscopia com absorção no infravermelho (FT-IR), dureza Vickers, espectroscopia de fluorescência e análise térmica (calorimetria exploratória diferencial – DSC e termogravimetria TG), comparando-se três fontes de luz: lâmpada halógena (Optilux 501- Demetron-Kerr), LED (Lec 1000- MMOptics) e laser de argônio (INNOVA 100- Coherent). Para isso foram confeccionados em triplicata corpos-de-prova, devidamente padronizados para cada condição amostral. Os resultados de dureza Vickers e grau de conversão monomérica por FT-IR receberam tratamento estatístico pela Análise de Variância (ANOVA) a dois critérios, assim como as comparações múltiplas pelo Teste de Tukey ao nível de significância de 5%. Para correlação dos testes de dureza e grau de conversão monomérica foi utilizado o teste de Correlação de Pearson ($p < 0,05$). O terceiro milímetro apresentou diferença estatística significativa em relação ao primeiro e segundo milímetros tanto nos teste de dureza Vickers, como no grau de conversão monomérica por FT-IR. As fontes de luz apresentaram diferenças estatísticas entre elas na análise do grau de conversão, sendo que a lâmpada halógena obteve os melhores resultados, seguido do Led e laser de argônio. Não houve uma correlação positiva entre os testes de dureza e grau de conversão por FT-IR. Nos testes de espectroscopia de fluorescência e análise térmica foi possível observar uma mesma tendência de resultados verificado no teste de grau de conversão por FT-IR em relação às diferenças entre as fontes de luz e as profundidades de polimerização. Os testes mostraram-se efetivos na avaliação da profundidade de polimerização, porém o teste de dureza não se correlacionou com os demais testes e todas as fontes de luz

se mostraram aptas a polimerização da resina composta até 2 mm de profundidade de acordo com os parâmetros utilizados nessa pesquisa.

Palavras chave: materiais dentários, resinas compostas, espectroscopia infravermelho transformada de Fourier (FTIR), dureza, profundidade de polimerização.

ABSTRACT

DENIS, A. B. **Photoactivation of composite resin by different light sources and evaluation of depth of cure by several methods.** 2007. 97f. Dissertação (Mestrado) – Programa de Pós-graduação da Interunidades em Bioengenharia (EESC/FMRP/IQSC), Universidade de São Paulo, São Carlos, 2007.

The adequate polymerization of composite resin is directly related with the restoration success and longevity. Experimental studies were made to verify the efficiency of light sources in the photoactivation by the evaluation of the depth of cure (1, 2 and 3 mm) of composite resin Filtek Supreme 3M-ESPE by several methods: degree of monomeric conversion by spectroscopy Fourier transform infrared (FT-IR), Vickers hardness, fluorescence spectroscopy and thermal analysis (differential scanning calorimetry – DSC and thermogravimetric analysis – TGA), comparing 3 light sources: halogen light (Optilux 501/Demetron – Kerr), LED (Lec 1000 – MMOptics) and argon laser (INNOVA 100 – Coherent). Samples were made in triplicate and standardized for each condition. The results of Vickers hardness and degree of conversion by FT-IR were subjected to statistical analysis using two-way analysis of variance (ANOVA) and Tukey test for multiple comparisons and the statistical significance was assumed at 5% ($p < 0.05$), and for correlation the tests of Vickers hardness and degree of conversion were used the Pearson's test ($p < 0.05$). The third millimeter presented statistical difference in relation with first and second millimeters for both tests: Vickers hardness and degree of conversion by FT-IR. The light sources presented statistical differences among them in the degree of conversion test: the halogen light had better values followed by LED and argon laser. And did not have a positive correlation between Vickers hardness and degree of conversion FT-IR. In the fluorescence spectroscopy and thermal analysis was possible to observe the same tendency in the results that they had in the degree of conversion test, in relation of difference in depth of cure and light sources. All tests showed strength in the evaluation of depth of cure, however the Vickers hardness test were not correlated with other tests and all light sources showed to be able to polymerized the composite resin until 2 millimeters according to the parameters used in this research.

Key-Words: dental materials, composite resins, spectroscopy Fourier transform infrared (FTIR), hardness and depth of cure.

LISTA DE FIGURAS

Figura 1- Fórmula estrutural da matriz Bis-GMA (fonte: nersp.nerde.ufl.edu).....	23
Figura 2 – Espectro eletromagnético (fonte:www.vidanova.com/imagem/c30r64espectro).....	25
Figura 3 – Reação de polimerização (SCHMIDSEDER, 2000).	26
Figura 4 - Resina Composta Filtek Supreme/ 3M-ESPE.....	42
Figura 5 - Optilux 501/ Demetron-Kerr.	44
Figura 6 – Lec 1000/ MMOptics.	44
Figura 7- Laser de argônio INNOVA 100/ Coherent.....	45
Figura 8 – Medidor de potência Fieldmaster (Coherent).	45
Figura 9 – Verificação da potência do aparelho de LED.	46
Figura 10 – Espectro de emissão da Lâmpada Halógena Degulux 501/Demetron-Kerr.	46
Figura 11 – Espectro de emissão do aparelho LED – Lec 1000/ MMOptics.	47
Figura 12 – Espectro de emissão do aparelho Laser de Argônio INNOVA 100/ Coherent.....	47
Figura 13 - Comprimento de onda das fontes de luz: lâmpada halógena (HAL), LED (LED) e laser de argônio (LAS), obtidas por meio do espectrofotômetro USB 2000 (Ocean Optics) e da canforquinona, obtida em um aparelho de UV-vis Cary (Varian).	48
Figura 14 – Matriz de teflon.....	49
Figura 15 – Desenho esquemático da matriz (vista superior).	49
Figura 16 – Desenho esquemático da confecção dos corpos-de-prova (vista lateral).	50
Figura 17 – Inserção da resina composta na matriz.....	50
Figura 18 – Fotoativação do corpo-de-prova.....	51
Figura 19 – Armazenagem dos corpos-de-prova.	52
Figura 20 – Ependorf com Rodamina.....	52
Figura 21 – Corpos-de-prova secos após 24 horas.	53
Figura 22 – Divisão da amostra em quadrantes (foto obtida em Microscópio óptico Leica Leitz Dm Rx, com câmera acoplada em aumento de 100X).....	54
Figura 23 – Aparelho de dureza Leica VMHT Mot (Germany).	55
Figura 24 – Momento da impressão na amostra, A - Indentador de diamante, B - objetiva 100X, C-corpo-de-prova.....	55
Figura 25 – Impressões em cada quadrante (foto obtida em Microscópio óptico Leica Leitz Dm Rx, com câmera acoplada em aumento de 100X).	56

Figura 26 - Impressão (foto obtida em Microscópio óptico Leica Leitz Dm Rx, com câmera acoplada em aumento de 500X).	56
Figura 27 – Esquema da impressão pelo indentador Vickers (fonte: www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm).	57
Figura 28 – Monitor do aparelho de dureza Leica VMHT Mot (Germany), após a impressão, sendo: A - valor em dureza Vickers após a impressão, B – carga aplicada para a impressão, C – valor das diagonais d1 e d2, D – tempo aplicado para a impressão.....	58
Figura 29 – Balança analítica de precisão.	59
Figura 30 – Misturando o KBr com a amostra triturada.	60
Figura 31 – Pastilhador metálico.	60
Figura 32 - Prensa utilizada para a confecção da pastilha.	61
Figura 33 – Pastilha de KBr com corpo-de-prova moído.	61
Figura 34 - Espectrofotômetro BOMEM MB-102 FT-IR.	62
Figura 35 – Picos de absorbância da resina não polimerizada.	63
Figura 36 – Picos de absorbância da resina polimerizada 1 mm.	64
Figura 37 - Picos de Absorbância da resina polimerizada e não polimerizada juntos	64
Figura 38– Aparelho DSC- 2010 / TA Instruments.	66
Figura 39– Aparelho TGA- 2050 / TA Instruments.	66
Figura 40 – Microcomputador servidor acoplado aos aparelhos DSC- 2010 e TGA- 2050 / TA Instruments.	67
Figura 41 – Espectrofotômetro de fluorescência.	68
Figura 42 – Avaliação dos corpos-de-prova por meio da espectroscopia de fluorescência.	68
Figura 43 - Gráfico comparativo entre as fontes de luz (Halógena, LED e Laser), profundidade de polimerização (1, 2 e 3 mm) e superfícies (topo e base) em relação a dureza.	74
Figura 44 - Gráfico comparativo entre as fontes de luz (Halógena, LED e Laser) e profundidade de polimerização no grau de conversão monomérica por FT-IR.	78
Figura 45 - Gráfico de dispersão e reta de regressão linear ($0 < r < 0,4$ – correlação fraca; $0,4 < r < 0,7$ – correlação moderada; $0,7 < r = 1$ – correlação forte).	79
Figura 46 - Curvas termogravimétricas para resina não polimerizada e polimerizada 1 mm com a lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio (LAS) (ar 10oC min-1).	81
Figura 47 - Curvas DSC para resina não polimerizada e polimerizada 1 e 3 mm com a lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio (LAS).	82
Figura 48 - Curvas DSC em menor escala para a resina não polimerizada e polimerizada 1 e 3 mm com a lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio.	83

Figura 49 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no primeiro milímetro (1 mm) dos corpos-de-prova.	84
Figura 50 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no segundo milímetro (2 mm) dos corpos-de-prova.	85
Figura 51 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no terceiro milímetro (3 mm) dos corpos-de-prova.	86
Figura 52 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no 1, 2 e 3 mm corpos-de-prova.	87

LISTA DE TABELAS

Tabela 1 – Fontes de luz.....	43
Tabela 2 - Valores de dureza Vickers obtidos para as diferentes fontes de luz e diferentes profundidades.	72
Tabela 3 - Médias e desvio padrão de dureza Vickers das diferentes fontes de luz.	72
Tabela 4 - Análise de Variância a 2 critérios das médias da dureza Vickers para as diferentes fontes de luz e diferentes profundidades de polimerização.	73
Tabela 5 - Valores do grau de conversão monomérica por FT-IR (%) obtidos nas diferentes fontes de luz e diferentes profundidades.	75
Tabela 6 - Médias e desvio padrão do grau de conversão monomérica	76
Tabela 7 - Análise de Variância a dois critérios das médias do grau de conversão monomérica para as diferentes fontes de luz e diferentes profundidades de polimerização.	76
Tabela 6 - Porcentagem de perda de massa para resina polimerizada e não polimerizada com os aparelhos de lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio (LAS).	80

SUMÁRIO

1- INTRODUÇÃO.....	21
1.1- Resinas compostas.....	22
1.2- Reação de polimerização.....	23
1.3- Fontes de luz.....	28
1.3.1- Lâmpada halógena.....	28
1.3.2.-Arco de plasma.....	29
1.3.3- Laser de argônio.....	30
1.3.4- LED.....	30
1.4- Técnicas de avaliação da profundidade de polimerização.....	32
2- OBJETIVO.....	39
3- MATERIAL E MÉTODOS.....	41
3.1- Material utilizado.....	42
3.2- Aparelhos fotoativadores.....	42
3.3- Confeção dos corpos-de-prova.....	48
3.4- Armazenagem dos corpos-de-prova.....	51
3.5- Avaliação da dureza Vickers.....	53
3.6- Avaliação do grau de conversão por FT-IR.....	58
3.7- Avaliação por análise térmica.....	65
3.8- Avaliação por espectroscopia de fluorescência.....	67
3.9- Análise estatística.....	69
4- RESULTADOS.....	70

4.1- Avaliação prévia da matriz experimental.....	71
4.2- Avaliação da dureza Vickers.....	71
4.3- Avaliação do grau de conversão por FT-IR.....	75
4.4- Teste de correlação entre dureza Vickers e análise do grau de conversão por FT-IR.....	78
4.5- Avaliação por análise térmica.....	79
4.6- Avaliação por espectroscopia de fluorescência.....	83
 5- DISCUSSÃO.....	 89
5.1- Sobre a metodologia.....	90
5.1.1- Testes de avaliação da profundidade de polimerização.....	90
5.1.2- Matriz experimental.....	95
5.2- Sobre os resultados.....	97
5.2.1- Profundidade de polimerização.....	97
5.2.2- Fontes de luz.....	100
 6- CONCLUSÃO.....	 105
 REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....	 107

Introdução

1 - INTRODUÇÃO

1.1- RESINAS COMPOSTAS

As resinas compostas surgiram como tentativa de se obter um material restaurador estético que fosse superior aos materiais até então existentes. A utilização destas na Odontologia Restauradora se tornou atualmente uma realidade mundial e sua utilização aumenta a cada dia. Suas propriedades físico-mecânicas foram melhoradas desde então e vêm sendo utilizadas para restaurações de dentes anteriores e posteriores, permitindo a reprodução satisfatória das características ópticas e funcionais da estrutura dentária.

As resinas compostas odontológicas foram desenvolvidas em 1962 por Bowen em resposta à necessidade de um material restaurador estético. Este desenvolveu um monômero denominado de Bisfenol A - glicidil metacrilato (Bis-GMA). A adição de partículas de quartzo silanizadas a este novo material diminuiu radicalmente a contração de polimerização, expansão térmica e sorpção de água, ao mesmo tempo em que aumentou o módulo de elasticidade e a dureza superficial (BOWEN 1963).

Existem disponíveis atualmente diversos tipos de resinas compostas como: as híbridas, microhíbridas, micropartículas e mais recentemente as de nanopartículas. Esses materiais são compostos basicamente de uma matriz orgânica, partículas inorgânicas, inibidores, iniciadores e pigmentos corantes (PEUTZFELDT, 1997).

A matriz orgânica da resina composta é um complexo resinoso constituído de monômeros acrilatos aromáticos ou alifáticos (Bis-GMA, TEGDMA e UEDMA). O Bis-GMA é o monômero mais usado como base da matriz das resinas compostas.

Sua fórmula estrutural possui uma porção central epóxi e nas extremidades radicais acrílicos insaturados (Figura 1), (NAGEM FILHO, 2000; PEUTZFELT, 1997).

Figura 1- Fórmula estrutural da matriz Bis-GMA (fonte: nersp.nerde.ufl.edu).

A porção inorgânica é composta por partículas muito pequenas de diâmetros microscópicos de natureza inorgânica cuja finalidade é melhorar as propriedades físico-químicas, principalmente a instabilidade dimensional da matriz. Os materiais mais comuns de reforço são: quartzo, sílica coloidal e vidros cerâmicos (NAGEM FILHO, 2000).

1.2 – REAÇÃO DE POLIMERIZAÇÃO

As primeiras resinas compostas utilizadas em Odontologia eram ativadas quimicamente, onde se manipulavam duas pastas, induzindo o processo de polimerização. Estas resinas apresentavam como iniciador o peróxido de benzoíla e como ativador uma amina terciária (N,N- dimetil-p-toluidina) que, quando em contato com o primeiro, ativava o processo, formando radicais livres e conduzindo à ligação entre os monômeros para formação de uma molécula maior, ou seja, o polímero (FRANCO & LOPES, 2003).

Segundo Silva e Souza Jr. et al, 2000, este sistema de ativação promovia uma limitação do tempo de trabalho e, pelo ato da mistura de duas pastas, ocorria incorporação de bolhas na massa do material, prejudicando a resistência destes materiais.

Com a crescente exigência do adequado controle do tempo de trabalho e melhora das propriedades físicas, surgiram as resinas compostas fotopolimerizáveis que apresentam em suas composições elementos fotossensíveis, que quando ativados por uma fonte de irradiação óptica-eletromagnética convertem as moléculas dos monômeros em polímeros.

A primeira dessas resinas a surgir no mercado com finalidade restauradora foi a “Nuva-fil”, comercializada pela L.D. Caulk Co. Este material era polimerizado por uma fonte de luz na faixa de ondas que oscilavam entre 320 a 365 nanômetros (nm). Os sistemas fotopolimerizáveis por meio de luz ultravioleta revolucionaram o mercado odontológico e ganharam aceitação imediata devido as suas inerentes vantagens, como: controle de trabalho, redução da porosidade e melhor estabilidade de cor (CHAIN, 1998).

Entretanto, os malefícios de uma fonte de luz ultravioleta e a limitada profundidade de polimerização foram razões suficientes para levar sua total substituição pelos sistemas ativados por luz visível, que sofreu uma rápida evolução desde sua introdução em 1980 e hoje domina o mercado mundial, provando sua eficiência e popularidade (CHAIN, 1998).

As fontes de luz visível, na faixa de 400 a 500 nm/ azul (Figura 2), são utilizadas para a fotoativação de materiais resinosos. Nas resinas compostas fotoativadas, o agente fotossensível é uma α -dicetona, normalmente a canforoquinona. Quando a canforoquinona é exposta à luz (450 a 500nm, com pico

máximo de absorção em 468 nm), torna-se altamente energizada, considerado este seu estado de excitação. Nesse momento, a canforquinona reage com uma amina (agente redutor) para formar um complexo que vai quebrar as duplas ligações C=C e formar radicais livres, os quais buscarão estabelecer novas ligações, iniciando, assim, o processo de polimerização (RUEGGERBERG & JORDAN, 1993), (Figura 3).

Figura 2 – Espectro eletromagnético
(fonte: www.vidanova.com/imagem/c30r64espectro).

Figura 3 – Reação de polimerização (SCHMIDSEDER, 2000).

Durante o processo de polimerização da resina composta, a matriz orgânica produz um estado de gel no qual o material restaurador é transformado de fase viscoelástica para fase rígida-elástica (sólida). O ponto gel é definido como o momento em que o material não é mais capaz de promover o escoamento das moléculas durante a contração de polimerização (DAVIDSON & FEILZER, 1997).

Com isso, pode-se dividir a reação de polimerização em duas partes, sendo a primeira denominada de fase pré-gel na qual o material ainda exibe a capacidade de compensar a alteração volumétrica pelo escoamento das moléculas do material e a segunda chamada de fase pós-gel, na qual o material desenvolve características de um sólido (SUH et al. 1998, VERLUIS et al. 1998; SAKAGUCHI & BERGE, 1998). O estresse desenvolvido durante a contração pode gerar forças capazes de romper as ligações adesivas das restaurações às paredes cavitárias (DAVIDSON & GEE, 1984; CARVALHO et al., 1996).

Muitos estudos mostram que a adequada polimerização das resinas compostas relaciona-se diretamente com seu desempenho clínico (BAYNE et al., 1994; HANSEN & ASMUSSEN, 1993). Uma polimerização insatisfatória leva a uma diminuição nas propriedades físico-mecânicas do material, como por exemplo: dureza, solubilidade e gera problemas de microinfiltração (ASMUSSEN, 1985).

Somando-se a isso, clinicamente há a diminuição da resistência aos esforços mastigatórios, recidiva de lesões cariosas e um potencial nocivo à polpa dentária pela presença de monômeros residuais (CAUGHMAN et al., 1991; INOVE & HAYASHI, 1982). Desse modo, propriedades físicas, incluindo as mecânicas, solubilidade, estabilidade dimensional, mudança de cor e biocompatibilidade podem ser comprometidas quando a resina estiver sub-polimerizada (De WALD & FERRACANE, 1987; FERRACANE, 1985; GANGLIANI et al., 2002).

Vários fatores podem afetar o grau de polimerização das resinas compostas como: composição da resina, tamanho das partículas, distância da fonte fotoativadora, espessura e volume do incremento, fatores atenuantes da transmissão da luz e finalmente a intensidade e o tipo da luz fotoativadora (BARGUI et al, 1994; CAUGHMAN et al, 1995; PIRES et al., 1993).

São utilizados diferentes tipos de matrizes na confecção dos corpos-de-prova para a avaliação da profundidade de polimerização. As diferenças entre as matrizes podem estar relacionadas ao tamanho, formatos e principalmente ao material com que são confeccionadas, como por exemplo: aço inoxidável, latão, politetrafluoretileno (teflon), acrílico e dentes extraídos, podendo essas também interferirem de alguma forma nos resultados dos estudos de avaliação da profundidade de resinas compostas (DENYER & SHAW, 1982; FORSTEN, 1984; MATSUMOTO et al., 1986; HARRIGTON & WILSON, 1993; TURBINO et al., 2000).

1.3 - FONTES DE LUZ

Visando solucionar esses problemas inerentes à polimerização com luz visível, buscaram-se fontes de luz que proporcionassem um adequado grau de conversão, bem como uma polimerização mais uniforme para as resinas compostas.

Diferentes tipos de aparelhos de fotoativação são observados atualmente no mercado, os quais se diferenciam pelos tipos de fonte de energia, variação na faixa do comprimento de onda, tipo de pulso e intensidade de luz (FRIEDMAN, et al., 1999; LEINFELDER, 1999).

1.3.1- Lâmpada halógena

A lâmpada de quartzo tungstênio halógena tem sido a fonte mais utilizada nos últimos anos. Este aparelho emite luz incandescente e basicamente compõe-se de uma lâmpada de filamento de tungstênio (bulbo e refletor), filtro, sistema de refrigeração e fibras ópticas para condução da luz (CHAIN, 1998; MEDEIROS, 2001). A maior parte da energia luminosa produzida por esta fonte é de feixes infravermelhos (95%), os quais são responsáveis pela produção de calor. Para reduzir os feixes indesejáveis, são utilizados filtros nos aparelhos, a fim de que os feixes produzidos fiquem restritos à faixa de luz visível (5%), com comprimento de onda entre 400 a 500nm, responsáveis pela ativação da canforoquinona (SANTOS et al., 2002). O filtro é o componente mais importante, pois, à medida que este vai se degradando, mais feixes infravermelhos são liberados, gerando aquecimento do dente e do tecido gengival, podendo causar prejuízo tecidual e desconforto para o paciente (NAGEL, 1999; RUEGGERBERG, 1999).

A densidade de potência deste tipo de aparelho deve ser sempre mensurada, por meio de um radiômetro, uma vez que após certo período de uso pode haver uma diminuição da potência em função de alterações no bulbo emissor e no filtro de luz, e conseqüentemente comprometer o grau de conversão bem como a adequada polimerização das resinas compostas.

1.3.2- Arco de plasma

A fonte de luz de arco de plasma de xenônio tem como característica principal o seu alto potencial elétrico. Esta fonte contém dois eletrodos, também de tungstênio, separados por um pequeno espaço. Estes eletrodos localizam-se em uma cápsula pressurizada preenchida com gás de xenônio, desenvolvendo um alto potencial elétrico entre os mesmos, em função de uma alta descarga elétrica. Isto resulta na formação de um arco ionizado entre os dois eletrodos e, em um gás condutivo, conhecido como plasma. Este é o motivo da denominação deste tipo de fonte de luz como arco de plasma (FRANCO & LOPES, 2003).

A faixa do espectro de energia dessa fonte é mais ampla do que da fonte halógena, incluindo a geração de raios infravermelho (IV), ultravioleta (UV) e luz visível. Devido à sua alta potência, o tempo de exposição é menor.

Entretanto, a aplicação de intensidades de luz muito altas sobre a superfície da resina composta pode prejudicar a qualidade da adaptação marginal da restauração, devido à aceleração da reação de polimerização e aumento do estresse de contração (FEILZER et al., 1995; GORACCI et al., 1995; KUNZELMANN et al., 2000; LÖESCHE, 1999; MEHL et al., 1997; RUEGGEBERG, 1999).

O tempo de exposição recomendado pelos fabricantes para estes sistemas fotoativadores de alta intensidade de luz (3 à 6 segundos), segundo pesquisas não foi suficiente para promover uma adequada resistência adesiva na interface das restaurações (KOIWA et al., 2000) e também uma completa polimerização (BURTSCHER et al., 2000).

1.3.3- Laser de argônio

O laser de argônio pode ser utilizado também para fotoativação das resinas compostas. Apresenta como meio ativo o gás argônio. O acrônimo “LASER” significa Light Amplification by Stimulated Emission of Radiation. Como característica destaca-se o tipo de fóton produzido, o qual permanece sempre na mesma frequência e não diverge, o que permite uma grande concentração de energia numa pequena área (KELSEY et al., 1992). A faixa do espectro de energia dessa fonte é compatível com a ativação da canforoquinona em 488nm. Apresenta baixa capacidade de produzir feixes infravermelhos, gerando menos calor para o dente. A densidade de potência destes aparelhos é alta, sendo indicada a redução do tempo de exposição (VARGAS et al., 1998).

1.3.4- LED

Os aparelhos à base de LED azuis (Light Emitting Diode) são os mais recentes no mercado, sendo compostos por semicondutores de In-Ga-N (Índio-Gálio-Nitrogênio), que apresentam um modo de emissão diferente dos outros dispositivos. O semicondutor apresenta características de condução eletrônica

intermediárias, ou seja, apresenta uma tensão alta para vencer a barreira de energia e, a partir de então apresentar a condução elétrica. Apresentam um espectro de emissão estreito variando de 460 a 488 com pico máximo de emissão de luz em 470nm, sendo muito próximo do pico máximo de absorção da canforoquinona (JANDT et al., 2000). A pureza espectral do LED, o torna altamente eficiente no processo de polimerização das resinas compostas com a vantagem de prevenir o sobreaquecimento e maior tempo de vida útil e menor consumo de energia (ANDRADE et al., 2001).

Esses aparelhos quando comparados aos de lâmpada halógena demonstraram que na mesma densidade de potência os aparelhos de LED funcionam muito bem, como as lâmpadas halógena. Porém, a maioria dos aparelhos de LED disponíveis no mercado até pouco tempo atrás, apresentam valores de densidade de potência menores do que os aparelhos de lâmpada halógena (DUNN & BUSH, 2002).

Como o LED é uma tecnologia recente e promissora, novas propostas estão surgindo, especialmente com o aparecimento de aparelhos com densidade de potência maior. Com este aumento da potência, esse aparelho possivelmente produzirá os mesmos resultados, quanto ao grau de polimerização, quando comparado com a lâmpada convencional halógena de alta intensidade de potência, o que está em função principalmente de sua eficiência quanto ao comprimento de onda.

1.4 - TÉCNICAS DE AVALIAÇÃO DA PROFUNDIDADE DE POLIMERIZAÇÃO

De acordo com a American Dental Association (ADA) em 1985, existem diferentes formas de avaliação da profundidade de polimerização de uma resina composta, as quais podem ser por raspagem, distinção óptica, medidas de dureza superficial, manchamento (ou técnica de pigmentação) e espectroscopia.

Para a avaliação por meio do teste de raspagem, a resina é fotoativada por um determinado tempo e removida a matriz experimental. A porção não polimerizada, que encontra-se amolecida, é raspada com um instrumento cortante manual. A porção restante é medida, resultando no valor da profundidade de polimerização (YEARN, 1985). GONZAGA; JANSEN; POLETO propõe que, neste teste, a porção remanescente do espécime seja medida e o valor alcançado dividido por dois, já que é um método pouco preciso.

De WALD & FERRACANE em 1987 avaliaram a profundidade de polimerização por meio de distinção óptica, onde, por estereomicroscopia, foi detectada diferença de translucidez na superfície do corpo-de-prova, determinando a diferença entre material polimerizado e não polimerizado, observando a profundidade de polimerização.

Segundo YEARN em 1985, nesses testes indiretos, como o de raspagem, apesar de serem de fácil execução, os valores de profundidade de polimerização são superestimados e o seu uso é limitado.

As propriedades mecânicas e físicas das resinas compostas são fortemente influenciadas pelo grau de polimerização, o qual depende do tipo de fonte de luz que está sendo utilizada, da intensidade de luz ou densidade de energia emitida pelo aparelho de fotoativação, do espectro ou comprimento de onda, do tempo de

exposição à luz, e ainda de fatores inerentes à própria composição das resinas compostas, como por exemplo, a cor, tipo e tamanho das partículas inorgânicas, tipo e quantidade de fotoiniciador (FERRACANE & GREENER, 1986; ASMUSSEN, 1992; VEMHOVEN et al., 1993).

O grau de polimerização de uma resina composta pode ser estudado usando métodos indiretos por meio de propriedades mecânicas como: dureza e resistência flexural (MATSUTANI, 1990; VARGAS et al., 1998; KERBY et al., 1999) ou métodos diretos que possuem maior sensibilidade como: análise do grau de conversão monomérica através de Espectroscopia (FT-IR e Raman) (IMAZATO, et al., 2001; PEUTZFELDT & ASMUSSEN, 2000) e análise térmica como: calorimetria exploratória diferencial (DSC) e análise térmica diferencial (DTA), (APPELT, 1983; APPELT & ABADIE, 1983; ABADIE & APPELT, 1989).

Segundo ANUSAVICE em 1998, uma importante característica para o material odontológico é a resistência, propriedade mecânica que assegura que a restauração devolverá as funções para quais foi executada, de maneira adequada, segura e duradoura. Afirma que, para a indicação da resina composta, é importante a análise de todas as suas propriedades, tais como resistência à abrasão, a resistência flexural, o módulo de elasticidade, a resistência a fratura e dureza, entre outras. Aponta que os testes de dureza encontram-se incluídos em várias especificações da ADA para materiais odontológicos e que os mais utilizados são conhecidos pelos nomes de Barcol, Brinell, Knoop, Rockwell, Shore e Vickers. Esses testes encontram-se embasados na capacidade da superfície do material resistir a penetração de uma ponta, sob uma carga e tempo determinados.

De acordo com SKINNER, os testes de dureza Brinell e Rockwell são considerados testes de macrodureza, já os testes Vickers e Knoop são considerados

de microdureza e os testes Barcol e Shore são usados principalmente para avaliar borrachas e plásticos.

O teste de dureza para a avaliação da profundidade de polimerização é muito utilizado. Devido sua simplicidade de técnica, esse se mostrou mais eficiente que o teste de raspagem preconizado pela ISO 4049. Entretanto, a dureza superficial não indica grau de conversão monomérica, por isto, a maioria dos trabalhos quantifica a dureza tanto na superfície como em determinados intervalos de profundidade.

Segundo alguns trabalhos, existe uma correlação direta entre o grau de conversão e as propriedades mecânicas do material como: módulo de elasticidade e resistência flexural (FERRACANE & GREENER, 1986), resistência à fratura (FERRACANE & CONDOR, 1992; COOK & JOHANNSON, 1987) e dureza (FERRACANE & GREENER, 1986; ASMUSSEN, 1992; TSAI et al, 2004; CORRER et al, 2006). Por isso os métodos indiretos têm sido utilizados na avaliação do grau de polimerização, porém, em materiais resinosos diferentes, onde exista diferença na composição da resina (tipo, concentração de carga, estrutura da matriz), as propriedades mecânicas não se correlacionaram com o grau de conversão, pois, pode ocorrer uma interferência dessas diferenças da composição do material nos resultados destes testes.

De WALD & FERRACANE, 1987, compararam os testes de microscopia óptica, de raspagem, de dureza e espectroscopia por infravermelho (FT-IR) e, de acordo com os resultados, os testes óptico e de raspagem apresentaram-se de forma semelhante, com seus valores mais altos que os encontrados nos outros testes e, os testes de dureza e grau de conversão, tiveram uma correlação positiva, mas o grau de conversão decresceu mais velozmente que o de dureza para profundidades maiores que 2 mm.

O uso das técnicas diretas de avaliação de profundidade de polimerização está sendo cada vez mais utilizado, devido a sua maior sensibilidade. Dentre esses métodos destacam-se a espectroscopia (FT-IR e Raman), que são métodos que se baseiam nas vibrações moleculares e a análise térmica (DSC, DTA, TG), que é baseada na mensuração da quantidade de calor gerado por toda a amostra durante a polimerização.

O grau de conversão é medido pela porcentagem de ligações duplas da resina capaz de converter-se em polímero. Este índice reflete a eficácia da polimerização, sendo que as resinas compostas fotoativadas dependem da eficácia da fonte fotoativadora, da estrutura dos monômeros e capacidade dos metacrilatos se difundirem através da matriz polimérica e reagir com os radicais terminais das cadeias, tipo e quantidade de partículas de carga, uma vez que a dispersão de luz nas resinas compostas ocorre devido às partículas e a distância da fonte de luz (VEMHOVEN et al., 1993).

A porcentagem de conversão pode ser medida por meio de espectroscopia de absorção no infravermelho (FT-IR), (PEUTZFELDT, 1994), ou seja, dos grupos metacrilatos remanescentes sem reagir. A porcentagem de conversão influencia uma série de propriedades das resinas compostas tais como: contração de polimerização, biocompatibilidade, desgaste. Limitando-se o grau de conversão, a contração pode ser minimizada. No entanto, uma alta conversão é importante para se conseguir boas propriedades mecânicas e boa biocompatibilidade, uma vez que os grupos metacrilatos sem reagir poderão ser liberados causando efeitos citotóxicos (VEMHOVEN et al., 1993).

Enquanto o FT-IR caracteriza-se por ser um método de absorção, o Raman se mostra como uma técnica por espalhamento na qual a amostra é colocada a

certa distância do cristal de reflexão (ATR), a diferença básica entre eles é o meio através do qual a energia do fóton é transmitida para a molécula (PIANELLE et al, 1999).

NEVES et al. em 2002, avaliou a correlação entre grau de conversão e microdureza em resinas compostas e o efeito do conteúdo de partículas inorgânicas e do tipo de unidade fotoativadora sobre esses parâmetros. Observou diferenças estatísticas significantes para as diferentes fontes fotoativadoras e diferentes resinas quando avaliou o grau de conversão, e uma forte correlação entre os testes foi observada, para cada material. Além disso, quando materiais diferentes foram comparados observou-se que o conteúdo de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de dureza, não interferindo no grau de conversão.

As técnicas de análise térmica são técnicas muito utilizadas para a caracterização de materiais, já que, por meio do aumento controlado de temperatura, é possível observar as características do material. Essas técnicas estão sendo também empregadas na avaliação da profundidade de polimerização como calorimetria diferencial exploratória (DSC) (ANTONUCCI & TOTH, 1983; PANANAKIS & WATTS, 2000; NOMURA et al, 2001; APICELLA et al, 2005), análise termogravimétrica (TGA) (NEVES et al, 2002; CONTI et al, 2004), análise térmica diferencial (DTA) (McCABE, 1985; IMAZATO et al, 2001), fotocalorimetria (ABADIE & APPELT, 1989).

POWERS & CRAIG em 1978, ANTONUCCI & TOTH em 1983, aplicaram a técnica de DSC para avaliação de resinas compostas e obtiveram sucesso com esta técnica. Parâmetros cinéticos, energia média de ativação podem ser derivadas tanto de experimentos dinâmicos de temperatura como isotérmicos.

De GEE, ten HARKEL-HAGENAAR; DAVIDSON em 1984, utilizaram um corante, o Astra Blue, para a verificação do grau de polimerização de resina composta. Os corpos-de-prova foram armazenados no corante e posteriormente lavados em água corrente e analisados em um estereomicroscópio. Os autores puderam concluir que a técnica de pigmentação (ou manchamento) com o corante Astra Blue permitiu determinar a profundidade de polimerização, por meio da análise das regiões coradas no corpo-de-prova. Embora a natureza de união entre o corante e os grupos sem reagir de Bis-GMA e TEGDMA da matriz de resina não foi estudada, os autores acreditam que houve uma forte ligação entre as moléculas, uma vez que persistiu a presença do corante nos corpos-de-prova mesmo depois de lavados.

ANDRADE em 2004, com a finalidade de demonstrar a utilização de um corante fluorescente, rodamina 6G, na avaliação da profundidade de polimerização e vulnerabilidade físico-química de resinas compostas, confeccionou corpos-de-prova, utilizando diferentes resinas, diferentes aparelhos, com diferentes tempos de exposição. Após a confecção esses corpos foram armazenados em rodamina 6G a 0,1% em etilenoglicol durante 0, 24 e 48 horas. Passados os períodos de imersão, obteve-se uma fatia de resina composta com 1,5 mm de espessura de cada corpo-de-prova, com o intuito de traçar o perfil espacial de fluorescência, bem como calcular o coeficiente de difusão. Como resultados, o autor verificou que a resina composta híbrida Z-100 teve os menores valores de difusão, quando comparadas com as resinas A110 e P-60; além desse achado, houve uma tendência da difusão diminuir com o aumento do tempo de imersão de 24 para 48 horas, bem como quando se aumentou o tempo de exposição de 40 para 60 segundos e a lâmpada halógena determinou difusão significativamente menor nos corpos-de-prova.

Baseado nos resultados, o autor pôde concluir que a difusão do corante, para o interior da resina composta, é influenciada por fatores que interferem na polimerização das mesmas, e quanto menos polimerizada, mais rápida será a difusão do corante estudado.

Em 2004, RASTELLI utilizou também o teste de difusão do corante rodamina 6G a 0,1% em etilenoglicol através da resina composta, para avaliar a profundidade de polimerização e observou ser esse um teste diretamente influenciado pelos fatores avaliados em seu trabalho (fonte de luz, tempo de exposição, superfície da resina composta e espessura das facetas de estrutura dental), demonstrando sua efetividade na avaliação da profundidade de polimerização da resina composta.

Neste trabalho utilizamos diferentes métodos para a avaliação da profundidade de polimerização de resina composta, onde foi possível uma comparação entre eles.

Objetivo

2 - OBJETIVO

O propósito deste trabalho foi avaliar a profundidade de polimerização de uma resina composta, fotoativada por diferentes fontes de luz: Lâmpada Halógena, LED, e Laser de Argônio, por meio dos testes de análise do grau de conversão monomérica por espectroscopia com absorção no infravermelho (FT-IR), dureza Vickers, espectroscopia de fluorescência e análise térmica (calorimetria exploratória diferencial – DSC e termogravimetria - TG).

Material e Métodos

3 - MATERIAL E MÉTODOS

3.1- Material utilizado

Para o presente estudo foi utilizada a resina composta Filtek Supreme / 3M-ESPE na cor A2B (lote 4EK) que possui nanopartículas, 75% em peso de partículas de carga, matriz orgânica a base de Bis-GMA e TEGMA, sendo indicada para restaurações dentárias de dentes anteriores e posteriores segundo dados do fabricante, (Figura 4).

Figura 4 - Resina Composta Filtek Supreme/ 3M-ESPE.

3.2- Aparelhos fotoativadores

Utilizou-se diferentes fontes de luz para fotoativação dos corpos-de-prova (Tabela 1).

Fonte de lâmpada halógena - aparelho Optilux 501/ Demetron-Kerr, apresentando ponta ativa com diâmetro de 1,25 cm e comprimento de onda de 400-500nm (aparelho cedido por Labordental, SP - número de série 5815687) (Figura 5).

Fonte de luz a base de LED – aparelho Lec 1000/ MMOptics, apresentando ponta ativa com diâmetro de 0,6 cm, potência de 169mW e comprimento de onda de $470 \pm 20\text{nm}$ (aparelho cedido pelo Grupo de Óptica, USP- São Carlos- não possui número de série, pois é um protótipo) (Figura 6).

Fonte de luz a base de laser de argônio – aparelho INNOVA 100/ Coherent, apresentando o diâmetro do feixe de 0,5 cm, potência de 117mW e comprimento de onda 488nm (aparelho cedido pelo Grupo de Óptica, USP-São Carlos - número de série 3240) (Figura 7).

Tabela 1 – Fontes de luz

<i>Fonte de luz</i>	<i>Aparelho / Fabricante</i>	<i>Densidade de Potência</i>
Lâmpada halógena	Optilux 501/ Demetron-Kerr	600 mw/cm ²
LED	Lec1000/ MMOptics	600 mw/cm ²
Laser de argônio	INNOVA 100/Coherent	600 mw/cm ²

Figura 5 - Optilux 501/ Demetron-Kerr.

Figura 6 – Lec 1000/ MMOptics.

Figura 7- Laser de argônio INNOVA 100/ Coherent.

A intensidade de luz ou densidade de potência dos aparelhos foram mensuradas e padronizadas por meio de um potenciômetro (Fieldmaster/ Coherent) (Figuras 8 e 9), sendo que a intensidade (I) é igual a potência sobre a área ($I = P/A$). Todos os aparelhos foram utilizados com $600\text{mW}/\text{cm}^2$ por 40 segundos.

Figura 8 – Medidor de potência Fieldmaster (Coherent).

Figura 9 – Verificação da potência do aparelho de LED.

Para verificação do espectro de emissão dos aparelhos de lâmpada halógena (Figura 10), LED (Figura 11) e Laser de Argônio (Figura 12), foi utilizado no presente trabalho um espectrofotômetro USB 2000 (Ocean Optics).

Figura 10 – Espectro de emissão da Lâmpada Halógena Degulux 501/Demetron-Kerr.

Figura 11 – Espectro de emissão do aparelho LED – Lec 1000/ MMOptics.

Figura 12 – Espectro de emissão do aparelho Laser de Argônio INNOVA 100/ Coherent.

O espectro da canforoquinona foi obtido por meio de um aparelho UV-vis Cary (Varian) (Figura 13).

Figura 13 - Comprimento de onda das fontes de luz: lâmpada halógena (HAL), LED (LED) e laser de argônio (LAS), obtidas por meio do espectrofotômetro USB 2000 (Ocean Optics) e da canforoquinona, obtida em um aparelho de UV-vis Cary (Varian).

3.3 - Confeção dos corpos-de-prova

Os corpos-de-prova foram confeccionados em matriz de teflon, com uma perfuração central cilíndrica de 5mm de diâmetro e 3mm de profundidade, sendo essa seccionada transversalmente a cada 1mm. Esta matriz foi desenvolvida neste estudo com a finalidade de avaliar separadamente as profundidades de polimerização da resina fotoativada sem a necessidade de seccionamento dos

corpos-de-prova (Figuras 14 e 15), sendo essa comparada com uma matriz metálica idêntica, em estudo prévio a dissertação.

Figura 14 – Matriz de teflon.

Figura 15 – Desenho esquemático da matriz (vista superior).

A matriz foi posicionada sobre uma placa de vidro de 10 mm de espessura e a resina foi inserida no interior do orifício da matriz com espátula a cada 1mm e posicionado uma tira de poliéster no topo e base de cada 1mm de resina inserida (Figura 16), após a inserção da resina foi posicionada também uma tira de poliéster para nivelamento da porção inicial que ficou voltada para a fonte de luz (Figuras 17 e 18).

Figura 16 – Desenho esquemático da confecção dos corpos-de-prova (vista lateral).

Figura 17 – Inserção da resina composta na matriz.

Figura 18 – Fotoativação do corpo-de-prova.

Os corpos-de-prova foram divididos de acordo com a fonte fotoativadora (lâmpada halógena, LED e laser de argônio) e profundidade de polimerização (primeiro, segundo e terceiro milímetros). Esses foram realizados em triplicata.

3.4 - Armazenagem dos corpos-de-prova

Para os testes de dureza e espectroscopia de fluorescência foram identificados o topo e base de cada corpo-de-prova e para os testes de grau de conversão monomérica e análise térmica não houve a necessidade de identificação do topo e base.

Terminada as fotoativações, os corpos-de-prova de cada grupo foram separados de acordo com a profundidade de polimerização e fontes fotoativadoras e armazenados em recipientes devidamente identificados em uma estufa a 37°C, com ausência de luz e umidade por 24 horas (Figura 19).

Figura 19 – Armazenagem dos corpos-de-prova.

Para o teste de espectroscopia de fluorescência os corpos-de-prova foram primeiramente imersos em 1,5 ml de solução de Rodamina 6G a 0,1% em etilenoglicol em tubos de ependorfs e armazenados com ausência de luz por 24 horas (Figura 20). Passado o tempo de armazenagem estes foram lavados em água corrente por 1 minuto e secos com papel filtro sobre uma placa de vidro com um peso de 100 mg por 1 minuto (Figura 21).

Figura 20 – Ependorf com Rodamina.

Figura 21 – Corpos-de-prova secos após 24 horas.

3.5 - Avaliação da dureza Vickers

As medidas de dureza Vickers, foram realizadas após 24 horas da fotoativação dos corpos-de-prova. Inicialmente utilizando uma lâmina de bisturi número 15, dividiu-se os corpos-de-prova em 4 quadrantes iguais (Figura 22), com o objetivo de orientar a localização das impressões no momento do teste de dureza. As medidas foram realizadas na superfície de topo dos corpos-de-prova (voltada para a fonte luz) do primeiro e segundo milímetros e na superfície de base (oposta à fonte de luz) no terceiro milímetro, pois dessa maneira pode-se avaliar desde a superfície mais próxima à fonte de luz, a intermediária, até a mais distante.

Figura 22 – Divisão da amostra em quadrantes (foto obtida em Microscópio óptico Leica Leitz Dm Rx, com câmera acoplada em aumento de 100X).

Os corpos-de-prova foram submetidos ao aparelho de dureza Leica VMHT Mot (Germany) (Figura 23), utilizando-se uma carga de 50gf por 30 segundos. Foi realizada uma medida em cada quadrante nas respectivas superfícies avaliadas dos corpos-de-prova, sendo no total 4 impressões por superfície analisada (Figuras 24, 25 e 26).

Figura 23 – Aparelho de dureza Leica VMHT Mot (Germany).

Figura 24 – Momento da impressão na amostra, A - Indentador de diamante, B - objetiva 100X, C-corpo-de-prova.

Figura 25 – Impressões em cada quadrante (foto obtida em Microscópio óptico Leica Leitz Dm Rx, com câmera acoplada em aumento de 100X).

Figura 26 - Impressão (foto obtida em Microscópio óptico Leica Leitz Dm Rx, com câmera acoplada em aumento de 500X).

Para a determinação dos valores de dureza mensuraram-se duas diagonais (d1 e d2) da impressão em micrometros (μm) (figura 27), e a partir desses dados, o

aparelho de dureza fornece o valor em dureza Vickers (Figura 28). Foram calculadas as médias de dureza para cada corpo-de-prova analisado.

Figura 27 – Esquema da impressão pelo indentador Vickers (fonte: www.gordonengland.co.uk/hardness/vickers.htm).

Figura 28 – Monitor do aparelho de dureza Leica VMHT Mot (Germany), após a impressão, sendo: A - valor em dureza Vickers após a impressão, B – carga aplicada para a impressão, C – valor das diagonais d1 e d2, D – tempo aplicado para a impressão.

3.6 - Avaliação do grau de conversão por FT-IR

Os corpos-de-prova após o tempo de armazenagem foram moídos em um almofariz e pistilo de ágata até a obtenção de um fino pó e, em uma balança de precisão (Mettler Toledo, número de série AB 204) (Figura 29), foram medidos e utilizados 10 mg destes triturados em forma de pó.

Figura 29 – Balança analítica de precisão.

Os corpos-de-prova moídos (10 mg) foram misturados ao brometo de potássio (KBr) (100 mg) que é uma substância transparente ao infravermelho e após a homogenização em um almofariz de ágata (Figura 30) foram colocados em um pastilhador metálico (Figura 31) e levados à prensa com pressão de 8 toneladas (figura 32) durante 1 minuto para obtenção de uma pastilha (Figura 33) para posterior avaliação no espectrofotômetro.

Figura 30 – Misturando o KBr com a amostra triturada.

Figura 31 – Pastilhador metálico.

Figura 32 - Prensa utilizada para a confecção da pastilha.

Figura 33 – Pastilha de KBr com corpo-de-prova moído.

Para a resina não polimerizada foi utilizada a técnica de filme vazado em um disco de silício, onde esta foi esfregada e também analisada no espectrofotômetro

para obtenção dos valores controle, para comparação com os corpos-de-prova polimerizados.

Para a obtenção dos espectros na região do infravermelho (FT-IR.), visando a análise do grau de conversão foi empregado um espectrofotômetro BOMEM MB-102 FT-IR, equipado com detector TGS na faixa de $4000 - 300 \text{ cm}^{-1}$, operando com 32 scans, com resolução de 4 cm^{-1} acoplado a um microcomputador servidor (Figura 34). Os espectros foram obtidos pela técnica de transmissão usando-se pastilhas prensadas com KBr dos corpos-de-prova moídos (10 mg material/100 mg KBr), observando-se os picos de absorbância.

Figura 34 - Espectrofotômetro BOMEM MB-102 FT-IR.

Após a obtenção dos picos de absorbância, o percentual de duplas ligações carbônicas não convertidas ($\%C=C$) foi determinado pela taxa de intensidade de absorção entre ligações $C=C$ em 1.637 cm^{-1} (pico alifático) e ligações $C=C$ em 1.610 cm^{-1} (pico aromático), antes e após a polimerização (Figuras 35, 36 e 37). O grau de conversão (GC) correspondente foi calculado pela subtração desta taxa de 100%.

$$(\%C=C) = \frac{\text{Abs}(1.637\text{cm}^{-1}) / \text{Abs}(1.610\text{cm}^{-1})_{\text{polímero}}}{\text{Abs}(1.637\text{cm}^{-1}) / \text{Abs}(1.610\text{cm}^{-1})_{\text{monômero}}}$$

Grau de conversão = 100% - (% C=C)

Figura 35 – Picos de absorbância da resina não polimerizada.

Figura 36 – Picos de absorbância da resina polimerizada 1 mm.

Figura 37 - Picos de Absorbância da resina polimerizada e não polimerizada juntos.

3.7 – Avaliação por análise térmica

Para a certificação da polimerização dos corpos-de-prova, foi utilizada a técnica de análise térmica para uma complementação dos resultados. Para esta análise foram utilizados os corpos-de-prova das diferentes fontes de luz (lâmpada halógena, LED e laser de argônio) e profundidade (1 e 3mm). Após o tempo de armazenagem, estes foram moídos e pesados em uma balança analítica de precisão. Foram utilizados ~8 mg dos corpos-de-prova moídos dos primeiros e terceiros milímetros e a resina não polimerizada para análise da calorimetria exploratória diferencial (DSC) e somente os primeiros milímetros das 3 diferentes fontes de luz e resina não polimerizada para análise termogravimétrica (TG).

As medidas de calorimetria exploratória diferencial (DSC) e termogravimetria (TG/DTG) foram, empregadas para o acompanhamento da variação de massa e energia envolvida durante o processo de aquecimento do material, sob uma atmosfera dinâmica de ar (60 mL min^{-1}) em um aparelho, TA INSTRUMENTS DSC – 2010 e TGA – 2050) (figuras 38 e 39), acoplado a um microcomputador servidor (figura 40). As curvas DSC foram obtidas usando-se porta-amostra de alumínio não hermético, com razão de aquecimento $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$, em faixa de temperatura de 0 a 500° e para curvas TG/DTG a temperatura variou de 0 a 800° .

Figura 38– Aparelho DSC- 2010 / TA Instruments.

Figura 39– Aparelho TGA- 2050 / TA Instruments.

Figura 40 – Microcomputador servidor acoplado aos aparelhos DSC- 2010 e TGA-2050 / TA Instruments.

Os resultados obtidos foram processados no programa Origin 6.0, para obtenção dos gráficos.

3.8 - Avaliação por espectroscopia de fluorescência

Os corpos-de-prova depois de armazenados (24 horas) em Rodamina 6G e secos conforme foi descrito acima, foram levados ao aparelho de espectroscopia de fluorescência (Spectral Fluorescence System for Diagnosis/ SPECTR-CLUSTER) (Figura 41), que possui um Laser Nd^{3+} : YAG com comprimento de onda de 532 de excitação.

Figura 41 – Espectrofotômetro de fluorescência.

Foram realizadas 3 medidas no topo do primeiro e segundo milímetro e base do terceiro milímetro de cada corpo-de-prova ($n=3$) (Figura 42), que foram fotoativados por meio das diferentes fontes de luz. E posteriormente estes dados foram processados no programa Origin 6.0.

Figura 42 – Avaliação dos corpos-de-prova por meio da espectroscopia de fluorescência.

3.9 - Análise Estatística

A partir dos valores obtidos, foram calculadas as médias e os desvios padrão para cada associação para os testes de análise do grau de conversão por FT-IR e dureza Vickers.

Os resultados foram avaliados estatisticamente utilizando-se Análise de Variância a dois critérios (ANOVA) para ambos os testes, para determinar as possíveis diferenças em função dos fatores, tipo de fonte fotoativadora e profundidade de polimerização. Para comparações múltiplas foi utilizado o teste de Tukey. Em ambos os testes, adotou-se o nível de significância de 5 % como critério para decidir por uma média significativamente diferente de outras. Isso ocorre, sempre que se obtém um valor de probabilidade (p) menor do que 0,05 ($p < 0,05$).

O comportamento conjunto dos testes de grau de conversão monomérica e dureza Vickers, foi avaliado por meio do coeficiente de correlação de Pearson (r), ao nível de significância de 5%, para determinar se existiu uma correlação entre os testes.

Resultados

4 - RESULTADOS

4.1- Avaliação prévia da matriz experimental

Como pesquisa prévia a dissertação, foi realizada a comparação de diferentes matrizes (teflon e aço inoxidável) na confecção dos corpos-de-prova para avaliação da profundidade de polimerização, utilizando-se o teste de dureza Vickers. Foram confeccionados espécimes (n=3) em matrizes tanto de teflon como de aço inoxidável com um orifício central de 5 mm de diâmetro e 3 mm de profundidade, sendo esses fotoativados com o aparelho de LED. Os dados foram analisados estatisticamente por meio da Análise de Variância e teste Tukey ($p < 0,05$). Os resultados mostraram que a matriz de teflon apresentou valores de dureza levemente superiores quando comparados aos obtidos com a matriz de aço inoxidável, entretanto isso não interferiu nos resultados quando comparamos a profundidade de polimerização e o tempo de avaliação dos corpos-de-prova, concluindo que ambas as matrizes podem ser utilizadas para esse propósito, não possuindo diferenças estatisticamente significantes entre elas. Resultados mais detalhados podem ser encontrados em artigo submetido à revista científica.

4.2- Avaliação da dureza Vickers

Foram obtidos quatro valores de dureza Vickers em cada corpo-de-prova analisado, sendo que, para cada condição amostral (fontes de luz: Halógena - HAL, LED - LED e Laser de Argônio - LAS e profundidade de polimerização 1, 2 e 3mm)

foram realizadas três repetições (Tabela 2). Os valores médios e desvio padrão de dureza Vickers foram calculados e encontram-se na Tabela 3.

Tabela 2 - Valores de dureza Vickers obtidos para as diferentes fontes de luz e diferentes profundidades.

Fonte de luz	Corpos-de-prova (CP)	Dureza Vickers											
		Profundidade de polimerização (mm)											
		1				2				3			
HAL	CP1	71,2	70,6	71,2	70,0	67,2	65,0	63,4	64,0	55,7	57,8	55,9	54,5
	CP2	67,1	68,5	72,6	71,1	66,5	63,4	65,2	64,7	54,5	52,5	55,6	54,2
	CP3	68,1	65,6	68,0	67,7	66,0	64,9	63,0	64,5	54,0	53,9	53,4	56,3
LED	CP1	68,3	68,6	65,2	69,2	64,5	65,2	65,0	63,0	61,2	60,7	61,0	60,8
	CP2	69,0	68,0	65,0	68,3	65,6	65,7	63,1	64,0	57,0	57,6	56,2	56,3
	CP3	71,2	68,9	65,8	69,7	65,3	67,0	65,2	63,2	56,9	61,6	55,5	56,6
LAS	CP1	68,9	68,1	67,7	67,6	67,0	64,0	64,2	63,0	61,1	62,5	61,5	59,3
	CP2	71,1	68,2	71,8	69,9	66,7	67,7	66,5	67,9	58,1	58,2	60,9	57,3
	CP3	67,4	66,9	70,6	73,3	68,8	66,9	67,8	67,7	56,4	56,5	58,9	58,2

Tabela 3 - Médias e desvio padrão de dureza Vickers das diferentes fontes de luz.

Fonte de luz	Profundidade de polimerização (mm)					
	1		2		3	
HAL	69,3	($\pm 1,8$)	64,8	($\pm 0,2$)	54,8	($\pm 0,9$)
LED	68,1	($\pm 0,7$)	64,7	($\pm 0,4$)	58,4	($\pm 2,1$)
LAS	69,2	($\pm 1,0$)	66,5	($\pm 1,8$)	59,1	($\pm 1,8$)

A partir da observação de diferenças numéricas entre os grupos, foi realizada a análise estatística para se verificar a possibilidade de significância entre os valores encontrados. Optou-se por um teste estatístico paramétrico, uma análise de

variância (ANOVA) a dois critérios, já que havia a presença de duas variáveis, fonte de luz e profundidade de polimerização (Tabela 4).

Tabela 4 - Análise de Variância a 2 critérios das médias da dureza Vickers para as diferentes fontes de luz e diferentes profundidades de polimerização.

Grupos	F	p-nível
Fonte de luz	4,6*	0,02*
Profundidade	162,2*	0*
Interação	2,9*	0,04*

* Diferença estatisticamente significativa, F= freqüência acumulada e p-nível= nível de significância.

Após esta análise observou-se diferença significativa entre as fontes de luz, profundidades e interações.

Aplicou-se então o teste de Tukey com nível de significância de 5% para comparações múltiplas entre as fontes de luz, profundidades de polimerização e interações, para se detectar onde se encontravam esta diferença.

Com base nessa análise foi possível observar que o terceiro milímetro é estatisticamente diferente do primeiro e segundo milímetros e as três fontes de luz apresentaram comportamento semelhantes entre si, para cada profundidade avaliada, possuindo, entretanto, diferença estatística somente em algumas interações, tais como: o terceiro milímetro da lâmpada halógena obteve menores valores sendo estatisticamente significativo em relação ao terceiro milímetro do laser de argônio, entretanto não teve diferença significativa em relação ao terceiro milímetro do LED.

O maior valor médio de dureza alcançado foi por meio da lâmpada Halógena ($69,3 \pm 1,8$) no topo do primeiro milímetro, mas em compensação na base do terceiro milímetro obteve-se com a mesma lâmpada o menor valor médio ($54,8 \pm 0,9$).

Comparando-se os dados dos valores médios de dureza Vickers entre os grupos listados na Tabela 2, pode-se verificar que à medida que se aumenta a profundidade de polimerização, diminui o valor de dureza Vickers, isto é os primeiros milímetros obtiveram maiores valores de dureza Vickers, para todas as fontes de luz.

Em relação às fontes de luz, todas obtiveram valores de dureza Vickers parecidos para mesma condição amostral com pequenas variações, dessa forma pode-se observar neste teste um comportamento similar para as diferentes fontes de luz, melhor ilustrado no gráfico (Figura 43).

Figura 43 - Gráfico comparativo entre as fontes de luz (Halógena, LED e Laser), profundidade de polimerização (1, 2 e 3 mm) e superfícies (topo e base) em relação a dureza.

4.3- Avaliação do grau de conversão por FT-IR

Após o cálculo do grau de conversão monomérica, que é dado em porcentagem (Tabela 5), foram realizadas as médias para cada condição amostral, obtidas por meio da espectroscopia com absorção no infravermelho (FT-IR), dados estes que estão listados na Tabela 6 e ilustrados na Figura 44.

Tabela 5 - Valores do grau de conversão monomérica por FT-IR (%) obtidos nas diferentes fontes de luz e diferentes profundidades.

Fonte de luz	<i>Grau de conversão (%)</i>								
	Profundidade de polimerização (mm)								
	1			2			3		
<i>HAL</i>	38	40	39	38	38	39	37	36	36
<i>LED</i>	35	35	37	38	35	34	30	31	33
<i>LAS</i>	36	31	30	35	30	31	29	27	27

Tabela 6- Médias e desvio padrão do grau de conversão monomérica por FT-IR (%) obtidos nas diferentes fontes de luz e diferentes profundidades.

Fonte de luz	Profundidade de polimerização (mm)					
	1		2		3	
HAL	39	($\pm 1,0$)	38,3	($\pm 0,6$)	36,3	($\pm 0,6$)
LED	35,6	($\pm 1,1$)	35,6	($\pm 2,0$)	31,3	($\pm 1,5$)
LAS	32,3	($\pm 3,2$)	32,0	($\pm 2,6$)	27,0	($\pm 1,1$)

Observou-se diferenças numéricas entre os grupos, por isso foi realizada também a análise estatística para se verificar a possibilidade de significância entre os valores encontrados. Foi utilizado o teste de análise de variância (ANOVA) a dois critérios, já que havia a presença de duas variáveis, fonte de luz e profundidade de polimerização (Tabela 7).

Tabela 7 - Análise de Variância a dois critérios das médias do grau de conversão monomérica para as diferentes fontes de luz e diferentes profundidades de polimerização.

Grupos	F	p-nível
Fonte de luz	37,2*	0*
Profundidade	13,2*	0*
Interação	0,4*	0,74

*Diferença estatisticamente significativa, F= frequência acumulada, p-nível= nível de significância.

Após esta análise observou-se diferença significativa entre as fontes de luz e entre as profundidades de polimerização, não ocorrendo, entretanto, interação entre os mesmos.

Aplicou-se então, o teste de Tukey com nível de significância de 5% para comparações múltiplas entre as fontes de luz e profundidades para se detectar onde se encontravam estas diferenças.

Com base nesta análise observou-se que as três fontes de luz apresentaram diferenças estatísticas significantes entre elas. O laser de argônio apresentou os piores resultados seguido pelo LED e lâmpada halógena.

Em relação às profundidades de polimerização foi possível observar que o terceiro milímetro foi estatisticamente diferente do primeiro e segundo milímetros.

Os resultados mostram que o maior grau de conversão foi obtido pela lâmpada halógena ($39 \pm 1,0$) no primeiro milímetro e o menor foi obtido pelo laser de argônio ($27 \pm 1,1$) no terceiro milímetro.

Observa-se da mesma forma que no teste de dureza Vickers, quanto maior a profundidade de polimerização menores são os valores encontrados (Figura 44).

Figura 44 - Gráfico comparativo entre as fontes de luz (Halógena, LED e Laser) e profundidade de polimerização no grau de conversão monomérica por FT-IR.

4.4-Teste de correlação entre dureza Vickers e análise do grau de conversão por FT-IR

O comportamento conjunto dos testes de dureza Vickers e análise do grau de conversão monomérica por FT-IR foi observado por meio do diagrama de dispersão (Figura 45), e medido por meio do coeficiente de correlação de Pearson (r), ao nível de significância de 5% (p).

Como os testes de dureza Vickers e grau de conversão monomérica não foram realizados nos mesmos corpos-de-prova, para fazer a correlação só foi possível por meio das médias dos três corpos-de-prova em cada condição amostral.

O resultado da correlação foi de $r = 0,32$ e $p = 0,402$, não sendo estatisticamente significativa, ou seja, que não ficou provada nenhuma relação entre as duas variáveis, isto é, um grau de conversão maior não implica necessariamente em uma dureza Vickers maior.

Figura 45 - Gráfico de dispersão e reta de regressão linear ($0 < r < 0,4$ – correlação fraca; $0,4 < r < 0,7$ – correlação moderada; $0,7 < r = 1$ – correlação forte).

4.5- Avaliação por análise térmica

Os corpos-de-prova polimerizados, tanto com a lâmpada halógena, LED e com laser de argônio, apresentaram-se mais estáveis termicamente em relação a resina não polimerizada, com início de decomposição acima de 200°C ,

decompondo-se em apenas duas etapas, enquanto a resina não polimerizada apresentou cinco etapas de decomposição. Na região de 204 a 445°C o material polimerizado teve uma perda de ~18% em uma única etapa, enquanto o material não polimerizado teve uma perda semelhante, porém em duas etapas: de 204 a 315°C perdeu 5,58% e de 315 a 445°C perdeu 11,56%, mostrado mais claramente pelas curvas DTG (Tabela 6, Figura 46), em 750°C foi possível observar o resíduo que corresponde a partículas inorgânicas no material, sendo que os valores estão próximos ao que foi dado pelo fabricante de 72,5 % em peso de carga.

Tabela 6 - Porcentagem de perda de massa para resina polimerizada e não polimerizada com os aparelhos de lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio (LAS).

Resina	% de perda de massa				
	Temperatura (°C)				
	25-58	58-204	204-445	445-650	Resíduo (750)
Não polimerizada	0,7	2,3	17,2	6,6	72,8
Polimerizada com HAL	1,2	1,5	19,9	5,4	71,6
Polimerizada com LED	0,1	1,2	18,4	6,6	73,4
Polimerizada com LAS	0,5	1,6	17,9	7,4	72,2

Figura 46 - Curvas termogravimétricas para resina não polimerizada e polimerizada 1 mm com a lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio (LAS)(ar $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$).

A curva DSC (Figuras 47 e 48) da resina não polimerizada mostra um evento endotérmico em 142°C , que pode ser atribuído à presença dos monômeros presentes na amostra, o que não é observado nas resinas polimerizadas (1 e 3 mm). Foi observado também um pico exotérmico na região de $370\text{-}420^{\circ}\text{C}$ atribuído à degradação da parte orgânica da resina, evento observado também nas avaliações termogravimétricas (Figura 46). Este evento, que é atribuído a decomposição da matriz orgânica, mostra algumas diferenças no tamanho e posicionamento dos picos em relação às diferentes fontes de luz e profundidades de polimerização, sendo

observado uma mesma tendência de resultado quando comparado com o grau de conversão monomérica por FT-IR, mostrando maiores picos para a lâmpada halógena, seguido pelo LED e laser de argônio, e, em relação também as profundidade, quando comparados o primeiro e terceiro milímetros, podendo esse evento estar relacionado a quantidade de cadeia polimérica que foi formada durante o polimerização.

Figura 47 - Curvas DSC para resina não polimerizada e polimerizada 1 e 3 mm com a lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio (LAS).

Figura 48 - Curvas DSC em menor escala para a resina não polimerizada e polimerizada 1 e 3 mm com a lâmpada halógena (HAL), LED e laser de argônio.

4.6- Avaliação por espectroscopia de fluorescência

Os gráficos de espectroscopia de fluorescência estão separados por profundidade de polimerização comparando-se as três fontes de luz (lâmpada halógena, LED e laser de argônio). Na figura 49, podemos observar o gráfico das médias de intensidade de fluorescência dos corpos-de-prova polimerizados no primeiro milímetro, na figura 50 no segundo milímetro, na figura 51 no terceiro milímetro e na figura 52 todos os milímetros e todas as fontes de luz, sendo

observado que, quanto maior a intensidade de fluorescência menos polimerizado está o corpo-de-prova, pois mais o corante rodamina penetrou nesse.

Figura 49 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no primeiro milímetro (1 mm) dos corpos-de-prova.

Figura 50 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no segundo milímetro (2 mm) dos corpos-de-prova.

Figura 51 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no terceiro milímetro (3 mm) dos corpos-de-prova.

Figura 52 – Curvas médias de intensidade de fluorescência das amostras confeccionadas com os aparelhos de lâmpada Halógena (HAL), LED (LED) e Laser de Argônio (LAS) no 1, 2 e 3 mm corpos-de-prova.

No teste de espectroscopia de fluorescência, foi possível observar nos gráficos, a nítida diferença entre as profundidades de polimerização (1, 2 e 3 mm), sendo que para Lâmpada Halógena os valores de intensidade de fluorescência variaram de ~36 no primeiro milímetro, a ~59 no terceiro milímetro. Para o LED os valores variaram de ~44 para o primeiro milímetro, a ~55 para o terceiro milímetro e

para o Laser a variação de valores foi ~47 no primeiro milímetro a ~67 no terceiro milímetro.

Em relação às fontes de luz, observamos que os valores de intensidade de fluorescência foram menores nos primeiros milímetros para a lâmpada halógena, isto é, o corante Rodamina se difundiu menos nesses corpos-de-prova, significando que mais polimerizados estavam esses. Os maiores valores de intensidade de fluorescência foram observados no grupo polimerizado com laser de argônio, significando que o corante se difundiu mais nesses corpos-de-prova, pois menos polimerizados eles estavam.

Esses resultados se aproximam dos resultados obtidos no teste de análise do grau de conversão monomérica por FT-IR e análise térmica realizados nesta pesquisa, quando observamos as diferenças de profundidade e fontes de luz.

Discussão

5- DISCUSSÃO

5.1- Sobre a metodologia

5.1.1- Testes de avaliação da profundidade de polimerização

Existem diferentes métodos para a avaliação da profundidade de polimerização da resina composta. Utilizamos neste trabalho quatro diferentes métodos: dureza Vickers, grau de conversão monomérica por FT-IR, análise térmica e espectroscopia de fluorescência.

A dureza Vickers é um teste mecânico que está relacionado com a resistência e rigidez do material. Esse teste mede a resistência do material a penetração de um dispositivo colocado sobre sua superfície por um determinado período e carga, deixando uma impressão nesse material.

O teste de dureza é muito utilizado para a avaliação da profundidade de polimerização de resina composta em odontologia (De WALT & FERRACANE, 1987; FERRACANE & GREENER, 1986; ASMUSSEN, 1992; NEVES et al, 2002; TSAI et al, 2004; RODE et al, 2005; CORRER et al 2006), entretanto há a necessidade de se quantificar a dureza tanto no topo como na base de um corpo-de-prova, como também na superfície de determinados intervalos de profundidade, pois esse é um teste que quantifica a dureza somente na superfície do corpo-de-prova.

As técnicas diretas de avaliação de profundidade de polimerização estão sendo cada vez mais utilizadas devido a sua maior sensibilidade em relação aos testes indiretos, os quais são avaliados por meio de propriedades mecânicas. Dentre esses métodos diretos destacam-se a espectroscopia (FT-IR e Raman), a qual se

baseia nas vibrações moleculares, medindo o grau de conversão monomérica por meio da porcentagem de ligações duplas, ou seja, de grupos metacrilatos sem reagir na estrutura da resina composta.

Existem diferentes técnicas de se avaliar o grau de conversão monomérica por espectroscopia na região do infravermelho (FT-IR). As mais utilizadas são: técnica de reflexão total atenuada (ATR) (RUEGGEBERG et al, 1990; VENHOVEN et al, 1996; HACKMAN et al, 2002) e técnica de transmissão utilizando pastilhas preparadas com KBr mais o material em estudo (TARLE et al, 1995; PARK, 1996; SAKAGUCHI & BERGE, 1998; YOON et al, 2002; BALA et al, 2005). É possível também avaliar o grau de conversão por espectroscopia Raman ou Micro-Raman (SHIN et al, 1993; PIANELLI et al, 1999, LELOUP et al, 2002).

As técnicas de análise térmica têm sido empregadas na avaliação da profundidade de polimerização, tais como calorimetria diferencial exploratória (DSC) (ANTONUCCI & TOTH, 1983; PANANAKIS & WATTS, 2000; NOMURA et al, 2001; APICELLA et al, 2005), termogravimetria (TGA) (NEVES et al, 2002; CONTI et al, 2004), análise térmica diferencial (DTA) (McCABE, 1985; IMAZATO et al, 2001), fotocalorimetria (ABADIE & APPELT, 1989). São técnicas muito utilizadas para a caracterização de materiais que, por meio do aumento controlado de temperatura, permitem observar as características térmicas do material.

O teste de espectroscopia de fluorescência é um teste simples e pode ser utilizado na avaliação da profundidade de polimerização (ANDRADE, 2004; RASTELLI, 2004) e tem como princípio a difusão de um corante fluorescente nos corpos-de-prova e posterior avaliação em um espectrofotômetro.

Existem trabalhos que compararam o teste de dureza com o teste de análise de conversão por infravermelho (FT-IR) (FERRACANE, 1985; DeWALT &

FERRACANE, 1987; RUEGGERBERG & CRAIG, 1988; NEVES et al, 2002; KAKABOURA et al, 2003; CONTI et al, 2004; OBICI et al, 2005).

FERRACANE em 1985 mostrou uma correlação positiva entre os testes de dureza e grau de conversão, entretanto segundo o autor, a dureza não pode ser utilizada como método para prever o grau de conversão quando diferentes materiais são comparados, além de constatar que a análise do grau de conversão é um método mais sensível, pois foi possível detectar diferenças estatísticas entre variáveis quando utilizou esse método, o que não foi possível detectar com o teste de dureza.

Segundo DeWALT & FERRACANE em 1987, o teste de dureza e o grau de conversão foram correlatos, mas o grau de conversão decresceu mais rapidamente que o de dureza para profundidades maiores que 2 mm.

RUEGGERBERG & CRAIG em 1988, compararam a técnica de dureza Knoop com a técnica de análise do grau de conversão FT-IR e, segundo os autores, a sensibilidade para detectar diferenças entre compósitos polimerizados, com a luz passando através de uma camada de resina sobreposta de diferentes espessuras, foi alta e igual para o FT-IR quanto para dureza. A dureza foi considerada sensível a pequenas alterações nas ligações cruzadas dos polímeros, que foram encontradas em áreas de alto grau de conversão. Já a análise do grau de conversão foi mais sensível em amostras feitas de finas camadas sobrepostas.

NEVES et al., em 2002, encontrou uma forte correlação entre grau de conversão e dureza, mas quando materiais com diferentes composições foram comparados, observou que o conteúdo de partículas inorgânicas afetou diretamente os valores de dureza, não interferindo no grau de conversão.

Os resultados do presente trabalho mostraram que não houve uma correlação positiva entre os testes de dureza Vickers e grau de conversão por FT-IR, entretanto segundo análise estatística o terceiro milímetro obteve diferença estatisticamente significativa em relação ao primeiro e segundo milímetros tanto no grau de conversão quanto na dureza Vickers. Já quando se comparou as fontes de luz, os resultados do teste de análise de conversão mostraram uma diferença estatisticamente significativa entre as fontes de luz, o que não foi detectado no teste de dureza Vickers. Esse resultado corrobora com os trabalhos citados, no sentido de ser uma técnica mais sensível quando diferentes fontes de luz estão sendo comparadas.

NEVES et al., também observou que o uso de diferentes fontes fotoativadoras resultou em variações significantes nos valores de conversão, o que não ocorreu nos valores de dureza. Segundo OBICI et al, essas variações de valores podem ocorrer devido a diferentes densidades de reticulação das cadeias poliméricas (cross-linking) nas amostras o que pode afetar os valores de dureza não alterando os valores de grau de conversão.

A hipótese para a não correlação entre os testes de dureza e grau de conversão deve-se ao fato que a extensão de polimerização da resina composta é expressa pelo grau de conversão das ligações monoméricas em ligações poliméricas e essa extensão da conversão afeta as propriedades físicas do material (dureza superficial, resistência flexural e módulo de elasticidade, entre outras) (FERRACANE, 1985; RUEGGERBERG & CRAIG). Entretanto, as propriedades mecânicas dependem muito da formação e densidade da rede polimérica, que não é equivalente à conversão e nem a medida por meio da conversão do monômero (FERRACANE, 1985). A formação dessa rede ocorre durante a polimerização, na

fase de propagação e inclui uma mistura de cadeias carbônicas lineares, ligações cruzadas e segmentos de cadeia interpenetrados, formando um grande emaranhado que em conjunto, determina as propriedades do material. A densidade de ligações cruzadas está associada a propriedades mecânicas e a estabilidade da resina. Entretanto é possível que o polímero tenha grau de conversão similar, mas densidade de ligações cruzadas diferente (PEUTZFELDT & ASMUSSEN, 2004).

O teste de espectroscopia de fluorescência por não ser quantitativo, não permitiu fazer uma comparação estatística com os testes de dureza e grau de conversão por FT-IR, mas foi possível observar uma mesma tendência de resultados que o teste de análise do grau de conversão por FT-IR e análise térmica, demonstrando sua efetividade na avaliação da profundidade de polimerização, o que foi também observado em outros estudos como ANDRADE, 2004 e RASTELLI, 2004.

Os testes de análise térmica demonstraram-se úteis na avaliação da polimerização do material, pois por meio desses foi possível observar se a resina, após a fotoativação com as diferentes fontes de luz, estava realmente polimerizada, mas, por este teste não ser quantitativo, não permitiu uma comparação estatística com o teste de dureza Vickers e grau de conversão monomérica por FT-IR. Mas, da mesma maneira que no teste de espectroscopia de fluorescência, foi observada uma mesma tendência de resultados em relação ao teste de avaliação do grau de conversão por FT-IR, quando comparamos as fontes de luz e profundidade polimerização.

5.1.2 – Matriz experimental

Em muitos estudos de avaliação de profundidade de polimerização foram utilizados diferentes tipos de matrizes para confecção dos corpos-de-prova. As diferenças entre as matrizes podem estar relacionadas ao tamanho, formatos e, principalmente, ao material com que foram confeccionadas, como por exemplo: aço inoxidável, latão, politetrafluoretileno (teflon), acrílico e dentes extraídos. Divergências nos resultados obtidos com relação à utilização dessas matrizes experimentais com diferentes composições são observados em literatura.

As matrizes de politetrafluoretileno (teflon) proporcionam maiores valores de profundidade de polimerização quando comparadas com as matrizes metálicas de acordo com TIRTHA et. al, 1982 ; KILIAN & MULLER, 1980 e TURBINO et. al, 2000.

DENYER & SHAW em 1982, avaliaram a interferência do material com que as matrizes são confeccionadas na profundidade de polimerização, por meio de microdureza Knoop, observando que as matrizes poliméricas, de plástico e teflon, transmitiram luz através delas mesmas, dessa maneira aumentando os valores dos resultados. Por outro lado FORSTEN em 1984 encontrou maior profundidade de polimerização quando utilizou matriz de dente extraído do que quando utilizou matrizes poliméricas.

De acordo com HARRINGTON & WILSON, em 1993, as matrizes de teflon podem promover maior grau de transmissão e reflexão de luz, induzindo dessa forma maiores valores de dureza.

TURBINO et al 2000, mostraram que as matrizes escuras impedem a penetração da luz pelas porções laterais, fazendo com que a resina receba luz apenas pela abertura da matriz.

MATSUMOTO et al em 1986, ponderam que os resultados de profundidade de polimerização obtidos com dentes extraídos são comparáveis aos testes realizados com outras matrizes de diferentes materiais, onde o aumento da profundidade reduziu a dureza do material, demonstrando que apesar de algumas matrizes, como as poliméricas, extrapolarem em parte os resultados, não afetarão decisivamente o comportamento dos materiais.

Segundo pesquisa prévia a dissertação realizada por nós, por meio da avaliação da dureza Vickers, foi feita à comparação de matrizes idênticas, mas confeccionadas com diferentes materiais: teflon e aço inoxidável e foram obtidos os seguintes resultados: a matriz de teflon apresentou valores de dureza levemente superiores quando comparados aos obtidos com a matriz de aço inoxidável, entretanto, isso não interferiu nos resultados quando se comparou a profundidade de polimerização e o tempo de avaliação dos corpos-de-prova, não sendo estatisticamente significante. Provavelmente isso ocorreu devido ao formato da matriz não permitir uma grande transmissão e reflexão lateralmente da luz, concluindo-se que ambas as matrizes podem ser utilizadas para esse propósito, desde que se conheçam as suas características.

Neste estudo, optou-se pelo uso de uma matriz de teflon branco por corresponder, de forma mais próxima, à realidade clínica, visto que o dente apresenta características de translucidez que permitem a difusão de luz e, conforme comprovado em outros trabalhos, a matriz de teflon pode ser utilizada, quando se conhecem as suas características, para a avaliação da profundidade de polimerização.

5.2- Sobre os resultados

5.2.1- Profundidade de polimerização

São vários os fatores que podem interferir na profundidade de polimerização da resina composta como: composição, tamanho das partículas, a cor da resina, distância da fonte fotoativadora, fatores atenuantes da transmissão da luz e, finalmente, a intensidade, comprimento de onda e o tempo de fotoativação das diferentes fontes de luz (BARGUI et al, 1994; CAUGHMAN et al, 1995; PIRES et al., 1993).

De acordo com KANCA III, 1986; MARAIS et al., 1997; PILO et al., 1999; ALBERS, 2000, uma polimerização mais uniforme foi obtida em diversos testes com uma espessura de 2 mm de material.

Para restaurações diretas com resinas fotoativáveis, tanto a ADA em 1985, como a ISO 4049 em 1988, recomendam porções de resina com espessura máxima de 2 mm para inserção e fotoativação.

KERBY et al. em 1999; RUDDALL et al. em 1999 observaram que numa porção de resina com grande espessura, mesmo que se consiga um adequado grau de polimerização, por meio da utilização de um aparelho fotoativador com grande densidade de potência, as chances de haver infiltração marginal nas restaurações seriam grandes, visto que é grande o efeito da contração de polimerização devido ao grande volume de material.

No presente trabalho em ambos os testes de dureza Vickers e grau de conversão por FT-IR, o terceiro milímetro, obteve diferença estatística significativa do primeiro e segundo milímetros, certificando a influência do aumento de profundidade

sobre a diminuição do grau de polimerização. Por isso concordamos por meio do nosso estudo que clinicamente deve ser indicada a utilização de pequenas porções de resina na confecção da restauração dentária por meio da técnica incremental.

Os valores de dureza Vickers encontrados em nosso trabalho variaram de 52,5 a 73,3 Vickers, estando esses dentro dos padrões que foram encontrados em outros trabalhos onde ocorreu uma variação de valores de 25,4 a 186,4 Vickers (SHARKEY et al., 2001; SOARES, 2002; RODE et al., 2005), pois ainda não existe consenso de um valor de dureza Vickers considerado ideal, por esse alterar-se de acordo com o tipo de resina utilizada, principalmente devido à quantidade e tamanho de partículas inorgânicas, entre outros fatores.

Em relação ao grau de conversão, os valores em nosso trabalho variaram de 27 a 40%. Segundo ANUSAVICE em 1998, o grau de conversão típico dos compósitos a base de Bis-GMA fica entre 50 a 60%, quando fotoativados com lâmpada halógena. STANSBURY & DICKENS em 2001, explicam que, devido às limitações impostas pela vitrificação da rede do polímero, são considerados níveis típicos de grau de conversão de resina composta na ordem de 55 a 75%. Para CHUNG & GREENER, o grau de conversão da resina composta deve estar entre 43,5 a 73,8%. Entretanto, isto não significa que 40 a 50% das moléculas de monômeros são deixadas na resina, porque um dos dois grupos de metacrilato por molécula de dimetacrilato pode ter reagido e sido ligada covalentemente à estrutura do polímero, não sendo dessa maneira liberado do polímero como uma molécula de monômero não reagido (ANUSAVICE, 1998).

A resina composta Filtek Supreme/ 3M-ESPE, que foi utilizada em nosso trabalho, é considerada uma resina de nanopartículas, que, segundo dados do fabricante, possui uma combinação de nanopartículas de sílica não-aglomeradas

cujo tamanho é de 20nm e nanoaglomerados formados por partículas de zircônia/sílica cujo tamanho varia de 5 a 20 nm. O tamanho médio dos aglomerados varia de 0,6 a 1,4 micron. É uma hipótese para o baixo grau de conversão nessa resina é o fato dela possuir partículas nanométricas, o que pode ter afetado a dispersão luminosa dentro do material, pois é sabido que a dispersão luminosa dentro do material é influenciada pelo tamanho da partícula inorgânica e seu índice de refração (RUYTER & OYSAED, 1982; DeWALT & FERRACANE, 1987). Concordando, assim, com os trabalhos de TURSSI et al., e MENDES et al, 2005, os quais observaram que o tipo e tamanho de partículas inorgânicas na resina composta podem contribuir para o desempenho final do material.

Para o teste de espectroscopia de fluorescência foi possível verificar que quanto maior a profundidade de polimerização, maiores foram os resultados de intensidade de fluorescência, observando dessa maneira uma maior penetração do corante nas maiores profundidades, demonstrando que o terceiro milímetro teve uma menor polimerização que o primeiro e segundo milímetros.

No teste de análise térmica foi possível observar que os corpos-de-prova que foram fotoativados com as diferentes fontes de luz, obtiveram sua polimerização quando comparados com o controle (resina não polimerizada), entretanto não foi possível quantificar a diferença entre o primeiro e terceiro milímetros, mostrando somente que estavam polimerizados, mas foi possível observar uma diferença no tamanho dos picos exotérmicos na região de 370 a 420° C para os diferentes milímetros e fontes de luz, esse pico é atribuído à decomposição da matriz orgânica e uma hipótese para essa diferença de tamanho desses picos pode estar relacionada à quantidade de cadeia polimérica que foi formada durante a polimerização.

5.2.2- Fontes de luz

Nas resinas compostas fotoativadas por luz visível, o processo de polimerização inicia-se por absorção de luz pela molécula fotoiniciadora, que geralmente é a canforoquinona (CQ). Essa absorve luz de comprimento de onda entre 400 a 500nm (luz azul do espectro visível), cuja absorção máxima dá-se com 468nm. A combinação da CQ com uma molécula intermediária, a amina terciária, leva à formação de radicais livres, os quais por sua vez, rompem as ligações dos radicais metacrilatos da molécula de Bis-GMA iniciando o processo de polimerização.

A maneira com que a luz, por meio de sua unidade de energia os fótons, ativa o fotoiniciador presente no material é devido a sua energia individual, a qual é determinada pelo comprimento de onda. Dessa maneira, fontes de luz com mesmo comprimento de onda e diferentes intensidades, podem interagir com o fotoiniciador da mesma forma, havendo somente a necessidade de compensar eventuais diferenças com o aumento do tempo de irradiação.

No presente estudo, utilizamos três diferentes fontes de luz para a fotoativação da resina composta (lâmpada halógena, LED e laser de argônio), sendo que padronizamos a intensidade de luz emitida, que foi de 600mW/cm^2 , e o tempo de exposição (40 segundos), para todos os aparelhos. A única variável foi o comprimento de onda que é próprio de cada aparelho que utilizamos.

O aparelho de lâmpada halógena emite uma luz incandescente e compõe-se basicamente de uma lâmpada de tungstênio (bulbo e refletor), filtro, sistema de refrigeração (ventilação) e fibras ópticas para condução da luz (CHAIN, 1998; MEDEIROS, 2001). O filamento de tungstênio se encontra protegido em uma

cápsula de quartzo com gases inertes e conectados a um eletrodo para passagem da corrente elétrica. Assim, esse filamento é submetido a altas temperaturas, produzindo uma luz com energia dentro de uma larga faixa de comprimento de onda, ou seja, produzindo feixes infravermelhos, os quais estão localizados fora da região espectral de interesse para fotoativação produzindo calor, reduzindo assim a vida útil do aparelho, além de gerar aquecimento do dente e tecido gengival (NAGEL, 1999; RUEGGEBERG, 1999).

O LED não produz luz visível pelo aquecimento de filamentos metálicos mas pelas características próprias de um semicondutor. Um semicondutor para produzir luz necessita da aplicação de uma tensão para vencer a barreira de energia interna. O LED se constitui na combinação de dois diferentes semicondutores, um tipo n que tem excesso de elétrons e um tipo p, que tem falta de elétrons, mas é rico em lacunas ou “buracos receptores” de elétrons. Quando uma tensão é aplicada entre esses dois semicondutores, haverá a passagem de elétrons da camada n para a p, resultando em um fluxo de elétrons. Toda essa movimentação gera fótons em uma faixa estreita do comprimento de onda, próxima de 470 nm. Dessa forma os LEDs produzem uma luz divergente e não coerente como a halógena, concentrando-se dentro de um estreito espectro de emissão da luz visível e muito próximo ao pico de absorção máxima da canforoquinona (JANDT et al., 2000; ANDRADE et al., 2001).

O laser de argônio tem como meio ativo o gás argônio e caracteriza-se pelo tipo de fótons produzidos, o qual permanece em uma mesma frequência e não diverge. A faixa do espectro de energia dessa fonte é compatível com a ativação da canforoquinona em 488nm (VARGAS et al., 1998).

A maioria dos trabalhos quando compararam as diferentes fontes de luz utilizaram diversos aparelhos fotoativadores sem a padronização da intensidade de

luz e muitas vezes utilizaram diferentes tempos de exposição. Dessa maneira fica difícil uma comparação entre eles, pois a presença de muitas variáveis pode levar a uma dificuldade de comparação.

Em nosso trabalho foi possível observar que as fontes de luz quando utilizadas com uma mesma intensidade e tempo de exposição produziram valores de dureza Vickers muito próximos, para as mesmas condições. Possuindo, entretanto diferença estatística somente em algumas interações tipo: o terceiro milímetro da lâmpada halógena obteve menores valores sendo estatisticamente significante em relação ao terceiro milímetro do laser de argônio, que, por sua vez, não teve diferença significante em relação ao terceiro milímetro do LED. Existem outros trabalhos que não encontraram grandes diferenças em relação às fontes de luz na fotoativação de resinas compostas, principalmente quando utilizaram testes mecânicos (YOON et al., 2002; MICALI & BASTING, 2004; RODE et al., 2005).

Em relação ao teste de grau de conversão por FT-IR, os resultados mostraram diferenças estatisticamente significante quando o aparelho de lâmpada halógena foi utilizado, produzindo maiores valores de conversão monomérica, seguido pelo aparelho de LED e por último o aparelho de Laser de Argônio. A mesma tendência de resultados foi encontrada no teste de espectroscopia de fluorescência e análise térmica, entretanto não foi possível uma comparação estatística entre esses testes por não serem quantitativos.

Esses resultados concordam com outros trabalhos, no sentido da lâmpada halógena obter um melhor desempenho que o aparelho de LED. (JANDT et al., 2000 e KURACHI et al 2001; LEONARD et al.,2002 e MOORE et al., 2002), entretanto existem trabalhos que demonstram uma melhor efetividade de polimerização com os aparelhos de LED (FUJIBAYASHI, et al., 1998; BALA et al.,

2005), e com o aparelho de laser de argônio (COBB et al., 1996; VARGAS et al., 1998), mas devemos levar em consideração as diferentes intensidade de luz desses aparelhos.

A hipótese para explicar esses resultados em nosso trabalho está relacionada primeiramente aos diferentes comprimentos de onda desses aparelhos, conforme está demonstrado na figura 13, onde a lâmpada halógena possui uma maior faixa no comprimento de onda, seguida pelo LED e que, por sua vez, é seguido pelo laser de argônio. Por isso, de acordo com os comprimentos de onda juntamente com o espectro da canforoquinona, é possível observar que mesmo o LED, possuindo um comprimento de onda mais específico para fotoativar a canforoquinona, a lâmpada halógena, possui uma porção útil maior na curva da canforoquinona, seguido do LED e do laser de argônio, sendo que esse último apresenta menor porção útil na curva da canforoquinona, mesmo possuindo fótons não divergentes, o que leva a uma alta concentração de energia, se ele estiver numa mesma intensidade que as demais fontes, isso pode interferir nos resultados.

Quando nos referimos a porção útil da curva de cada fonte de luz, estamos nos referindo ao comprimento de onda dos aparelhos que possuem capacidade de fotoativação da canforoquinona (CQ), pois esses aparelhos podem possuir uma ampla faixa no espectro, mas nem todo comprimento de onda é utilizado para a fotoativação da CQ (PRADHAN et al., 2002; TESHIMA et al., 2003).

Outro fator que pode estar relacionado com o melhor desempenho da lâmpada halógena é o fato dessa produzir feixes infravermelhos o que pode levar a um aumento de temperatura, que segundo HANSEN & ASMUSSEN alguns aparelhos podem causar uma espécie de polimerização complementar devido ao alto calor gerado durante a fotopolimerização, favorecendo a cinética da

polimerização, que permite, ao final, maior número de monômeros reagidos (LOVELL et al., 1999) .

Em nosso trabalho pudemos observar que, mais importante do que a comparação de fontes de luz, é a comparação entre aparelhos fotoativadores, pois esses podem variar seus comprimentos de onda, suas intensidades e seus tempos de exposição. E é isso que vai determinar sua melhor ou pior efetividade na fotoativação das resinas compostas. Além disso, devemos levar em consideração as vantagens e desvantagens de cada aparelho em relação à liberação de calor e tempo de vida útil.

Conclusão

6 – CONCLUSÃO

- A técnica incremental com pequenas camadas de resina composta de, até no máximo 2 mm, deve ser utilizada na prática clínica para a confecção de restaurações dentárias, independente da fonte de luz utilizada, objetivando melhores propriedades físico-mecânicas e consequentemente maior longevidade para restauração.

- As três fontes de luz podem ser utilizadas na fotoativação de resina composta. Entretanto, de acordo com os parâmetros utilizados neste trabalho, a lâmpada halógena obteve um melhor desempenho seguido pelo LED e laser de argônio.

- Não houve uma correlação positiva entre os testes de dureza Vickers e grau de conversão por FT-IR, o que significa que o teste de dureza não se mostrou como um indicador efetivo do grau de conversão de resina composta.

- Os testes qualitativos como: análise térmica e espectroscopia de fluorescência seguiram a mesma tendência de resultados que o teste de análise do grau de conversão monomérica por FT-IR em relação a comparação entre fontes de luz e profundidade de polimerização, confirmando sua viabilidade para este propósito.

Referências Bibliográficas

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- 1-ABADIE, M. J. M.; APPELT, B. K. Photocalorimetry of light cure dental composites. Dent Mater, v. 5, p. 6- 9, jan., 1989.
 - 2-ALBERS, H.F. Resin polymerization. Adept Report, v.6, n.3, p. 1-16, 2000.
 - 3-AMERICAN DENTAL ASSOCIATION. Council on Dental Materials, Instruments and Equipment. Visible light-cured composites and activating units. J. Amer. dent. Assoc., v.110, n.1, p.100-3, jan 1985.
 - 4-ANDRADE, L. E. H.; Estudo da difusão de um corante orgânico em resinas compostas polimerizadas com duas fontes de luz. Avaliação através da espectroscopia de fluorescência. 2004, 116f. Tese (Doutorado em Dentística Restauradora)- Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.
 - 5-ANDRADE, M. F. et al. Avaliação da capacidade de polimerização de um novo dispositivo à base de Led à bateria. JADA- Brasil, v. 4, nov./dez. 2001.
 - 6-ANTONUCCI, J. M.; TOTH, E. E. Extent of polymerization of dental resin by differential scanning calorimetry, J. Dent. Res, v. 62, p. 121-125, jan/june 1983.
 - 7-ANUSAVICE, J.K. Propriedades mecânicas dos materiais dentários. In_____. Phillips: materiais dentários. 10 ed. Rio de Janeiro. Guanabara Koogan, 1998. Cap 12, p.161-77.
 - 8-APPELT, B. K.; ABADIE, M. J. M. Analyzing the photochemistry of a photoresist by differential scanning calorimetry, Soc. Plast Eng v. 29, p. 484-486, 1983.
 - 9-APPELT, B. K. Characterizing photoresists by thermal analysis, Polymer Eng Sci, v. 23, p. 125-128, 1983.
 - 10- APICELLA, A.; SIMEONE, M.; AVERSA, R.; LANZA, A.; APICELLA, D. Light shielding effect of overlaying resin composite on the photopolymerization cure kinetics of a resin composite and a dentin adhesive. Dent Mater, v.21, p.954-961, 2005.
 - 11-ASMUSSEN, E. Clinical relevance of physical, chemical and bonding properties of composite resins. Oper Dent, v.10, n. 2, p. 61-73, 1985.
 - 12-ASMUSSEN, E. Restorative resins: Hardness and strength versus quantity of remaining double bonds. Scand J Dent Res, v. 90, p. 484-489, 1992.
 - 13-BALA, O.; OLMEZ, A.; KALAYCI, S. Effect of LED and halogen light curing on polymerization of resin-based composites. J Oral Rehabil, v.32, p. 134-140, 2005.
-

- 14-BARGHI, N.** et al. Evaluating intensity output of curing lights in private dental offices. J Am Dent Assoc, v. 125, p. 992-996, 1994.
- 15-BAYNE, S. C.; HEYMANN, H. O.; SWIFT, E. F, J. Jr.** Update on dental composite restorations. J Am Dent Assoc, v. 125, p. 687-701, 1994.
- 16-BOWEN R. L.** Properties of a silica-reinforced polymer for dental restorations. J Am Dent Assoc, v. 66, p. 57-64, 1963.
- 17-BURTSCHER, P.** et al. Curing ability of a plasma lamp. J Dent Res, v. 79, p. 335, 2000 (Abstract 1531)
- 18-CARVALHO, R. M.** et al. A review of polymerization contraction : the influence of stress development versus stress relief. Oper Dent, v. 21, n. 1, p. 17-24, 1996.
- 19-CAUGHMAN, W. F.** et al. Clinical guidelines for photocuring restorative resins. J Am Dent Assoc, v. 126, p. 1280-1286, 1995.
- 20-CAUGHMAN, W. F.** et al. Correlation of cytotoxicity, filler loading and curing time of dental composites. Biomater, v. 12, n. 8, p. 737-740, 1991.
- 21-CHAIN, M. C.** Unidades fotoativadoras de luz visível: fotopolimerizadores. In: Baratieri L. N., Monteiro Junior S., Andrada M.A.C., Vieira L.C.C., Cardoso A.C. Estética: restaurações adesivas diretas em dentes anteriores fraturados. 2ed. São Paulo: Santos, 1998. p117-33.
- 22-CHUNG, K.H.; GREENER, E.H.** Correlation between degree of conversion, filler concentration and mechanical properties of posterior composite resins. J oral Rehab, v.17, n.5, p.487-494, Sept. 1990.
- 23-COBB, D.S.; VARGAS, M.A.; RUNDLE, T.** Physical properties of composites cured with conventional light or argon laser. Amer J Dent, v.9, n.5, Oct. 1996.
- 24-CONTI, C.; GIORGINI, E.; LANDI, L.; PUTIGNANO, A.; TOSI, G.** Spectroscopic and mechanical properties of dental resin composite cured with different light sources. J Molec Struct, v.2, p. 1-6, 2004.
- 25-COOK, W. D.; JOHANNSON, M.** The influence of post-curing on the fracture properties of photo-cured dimethacrylate based dental composite resin. J Biomed Mater Res, v. 21, p. 979-989, 1987.
- 26-CORRER, A.B.; SINHORETI, M.A.C.; CORRER-SOBRINHO, L.; TANGO, R.N.; CONSANI, S.; SCHNEIDER, L. F. J.** Effect of exposure time vs irradiance on Knoop hardness of dental composites. Mater Res, v.9, n.3, p. 275-280, 2006.
-

- 27-DAVIDSON, C. L.; FEILZER, A. J.** Polymerization shrinkage and polymerization shrinkage stress in polymer-based restoratives. J Dent, v. 25, n. 6, p. 435-440, n.5, Nov. 1997.
- 28-DAVIDSON, C. L.; GEE, A. G.** Relaxation of polymerization stresses by flow in dental composites. J Dent Res, v. 63, n.2, p. 146-148, 1984.
- 29- De GEE, A.J. ten HARKEL-HAGENAAR, E. DAVIDSON, C.L.** Color dye for identification of incompletely cured composite resins. J. prosth. Dent., v.52, n.5, p.626-31, 1984.
- 30-DENIS, A.B.; PLEPIS, A.M.G.; RASTELLI, A.N.S.** Interference in the type of the mold in depth of cure study. Oper Dent (artigo enviado em fevereiro de 2007).
- 31-DENYER, R.; SHAW, D.J.** Cure evaluation of visible light composites by Knoop hardness measurements. J dent Res, v.61, p. 271, 1982.
- 32-De WALT, J. P.; FERRACANE, J. L.** A comparison of four modes of evaluating depth of cure of light activated composites. J Dent Res, v. 66, n.3, p. 727-730, Mar 1987.
- 33-DUNN, W. J.; BUSH, A. C.** Uma comparação da polimerização de resinas compostas através de aparelhos com Leds (luz emitida por diodo) e aparelhos com luz halógena, JADA-Brasil, v.5, mai/jun. 2002.
- 34-FEILZER, A. J. et al.** Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration cavity interface. Eur J Oral Sci, v. 103, p. 322-326, 1995.
- 35-FERRACANE, J. L.** Correlation between hardness and degree of conversion during the setting reaction of unfilled dental restorative resins. Dent Mater, v. 1, p. 11-14, 1985.
- 36-FERRACANE, J. L.; CONDOR, J. R.** Post- cure heat treatments for composites: Properties and fractography. Dent Mater, v. 8, p. 290-295, 1992.
- 37-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, p. 121-131, 1986.
- 38-FORSTEN, L.** Curing depth of visible light-activated composites. Acta odont Scand, v.42, p.23-28, 1984.
- 39-FRANCO, E. B.; LOPES, L. G.** Conceitos atuais na polimerização de sistemas restauradores resinosos, Biodonto, v. 1, n. 2, mar./ abr. 2003.
- 40-FRIEDMAN, M. J. et al** New light curing options for composite resin restorations. Compend Cont Educ Dent, v. 20, n. 2, p. 122-134, 1999.
-

- 41-FUJIBAYASHI, K.; ISHIMARU, K.; TAKABAYASHI, N.; KOHNO, A.** Newley development curing units using blue emitting diodes. Dent Jpn, v. 34, p. 49-53, Mar. 1998.
- 42-GAGLIANI, M. FADINI, L., RITZMAM, J. M.** Dept of cure efficacy of high-power curing devices vs traditional halogen lamp. J Adhes Dent, v. 4, p. 41-47, 2002.
- 43-GONZAGA, S.C.R., JANSEN, W.C., POLETO, L.T. de A.** Desempenho e manutenção dos aparelhos fotopolimerizadores por luz halógena. Rev. gaúcha Odont., v.47, n.4, p. 231-5, 1999.
- 44-GORACCI, A. J. et al.** Influence of light intensity on polymerization shrinkage and integrity of restoration cavity interface. Eur J Oral Sci, v. 103, p. 322-326, 1995.
- 45-HACKMAN, S.T.; POHJOLA, R.M.; RUEGGEBERG, F.A.** Depths of cure and effect of shade using pulse-delay and continuous exposure photocuring techniques. Oper Dent, v.27, p.593-599, 2002.
- 46-HANSEN, E. K.; ASMUSSEN, E.** Correlation between depth of cure and surface hardness of a light activated resins. Scand J Dent Res, v. 101, p.62-64, 1993.
- 47-HARRINGTON, E.; WILSON, H.J.** Depth of cure of radiation-activated materials effect of mould materials and cavity size. J Dent, v.21, p.305-311, 1993.
- 48-IMAZATO, S.; McCABE, J.F.; TARUMI, H.; EHARA, A.; EBISU, S.** Degree of conversion of composites measured by DTA and FTIR Dent Mater, v. 17, p.178-183, 2001.
- 49-INOUE, K.; HAYASHI, I.** Residual monomer (Bis-GMA) of composite resins. J Oral Rehabil, v. 9, p. 493-497, 1982.
- 50-JANDT, K. D.; MILLS, R. W. BLACKWELL, G. B. ; ASHWORTH, S. H.** Depth of cure and compressive strength of dental composites cured with blue light emitting diodes (LED). Dent Mater, v. 16, p.41-47, 2000.
- 51-KAKABOURA, A.; RAHIOTIS, C.; SINELIS, S.; AL-DHAMADI, Y.A.; SILIKAS, N.; WATTS, D.C.** In vitro characterization of two laboratory processed resin composites. Dent Mater, v.19, p.393-398, 2003.
- 52-KANCA III, J.** The effect of thickness and shade on the polymerization of light-activated posterior composite resins. Quintessence Int, v.17, n.12, p.809-811, Dec 1986.
- 53-KELSEY, W. P. et al.** Powers and time requirements for use of the argon laser to polymerize composite resins. J Clin Lasers Med Surg, v. 10, p. 273-278, 1992.
-

- 54-KERBY, R.;** LEE, J.; KNOBLOCH, L.; SEGHI, R. Hardness and degree of conversion of posterior condensable composite resins. J Dent Res., v. 78, special issue, p. 157, mar., 1999 (abstract 414).
- 55-KILIAN, R.J.;** MULLER, T.J. Light cured composites: dependence of test results on test parameter. J dent Res, v. 59, p.318, 1980.
- 56-KOIWA, A et al.** Effect of high-powered curing lights on dentin bonding of composites. J Dent Res, v. 79, p. 452, 2000 (abstract 2468).
- 57-KUNZELMANN, K. H. et al** Marginal adaptation of composite fillings cured with different light-curing concepts J Dent Res, v. 79, p.449, 2000. (Abstract 2441)
- 58-KURACHI, C.;** TUBOY, A. M.; MAGALHAES, D. V.; BAGNATO, V.S. Hardness evaluation of a dental composite polymerized with experimental LED-based devices. Dent Mater., v.17, p.309-315, 2001.
- 59-LEINFELDER, K. F.** Advances in pit and fissure sealants light-curing methods J Amer Dent Assoc, v. 130, n.4, p. 533-534, apr., 1999.
- 60-LELOUP, G.;** HOLVOET, P.E., BEBELMAN, S.; DEVAUX, J. Raman scattering determination of the depth of cure of light-activated composites: influence of different clinically relevant parameters. J Oral Rehabil, v.29, n.6, p.510-515, Jun 2002.
- 61-LEONARD, D.L. et al.** Polymerization efficiency of LED curing lights. J Dent Res, v.81, p.390, 2002. Special Issue/ Abstract 3147/.
- 62-LÖESCHE, G. M.** Marginal adaptation of class II composite fillings: guided polymerization vs reduced light intensity J Adhesive Dent, v. 1, n. 1, p. 31-39, 1999.
- 63-LOVELL, L.G.;** NEWMAN, S. M.; BOWMAN, C.N. The effects of light intensity, temperature and co monomer composition on the polymerization behavior of dimetacrylate dental resin. J Dent Res, v.78, n.8, p.1469-1476, Aug 1999.
- 64-MARAIS, J.T.;** DANNHEIMER, M.F.G.; GERMISHUYS, P.J.; BORMANI, J.W. Depth of cure of light-cured composite resin with light-curing units of different intensity. J dent Ass S Afr, v.52, n.6, p. 403-407, June 1997.
- 65-MATSUMOTO, H.;** GRES, J.E.; MARKER, V.A.; OKABE, T.; FERRACANE, J.L.; HARVEY, G.A. Depth of cure of visible light-cured resin: clinical simulation. J prosth Dent, v.55, p.574-578, 1986.
- 66-MATSUTANI, S. et al.** Influence of argon laser curing technique on resin hardness and shrinkage. J Dent Res, v. 69, p. 309, 1990.
- 67-McCABE, J.F.** Cure performance of light-activated composites by differential thermal analysis (DTA). Dent Mater, v.1, p.231-234, 1985.
-

- 68-MEDEIROS, I.S.** Dispositivo LED para polimerização de resinas compostas dentais: comparação com outras fontes de luz [Dissertação de Mestrado]. São Carlos: Instituto de Física de São Carlos, Universidade de São Paulo, 2001.
- 69-MENDES, L.C.; TEDESCO, A.D.; MIRANDA, M.S.; BENZI, M.R.; CHAGAS, B.S.** Determination of degree of conversion as a function of depth of a photo-initiated dental restoration composite- III application to commercial Prodigy condensable. Polymer Test, n. 24, p.963-968, 2005.
- 70-MEHL, A. et al.** Physical properties and gap formation of light- cured composites with and without “soft start- polymerization” J Dent, v. 25, p. 321-330, 1997
- 71-MICALI, B.; BASTING, R.T.** Effectiveness of composite resin polymerization using light-emitting diodes (LEDs) or halogen-based light-curing units. Braz Oral Res, v.18, n.3, p.266-270, 2004.
- 72-MOORE, B.K. et al.** Properties of 3 commercial LED, blue light activating units. J Dent Res, v.81, p.486, 2002. Special issue/ Abstract 3977.
- 73-NAGEL, R.** Operation and diagnostic features of the VIP light. Compend Cont Educ Dent, v. 20, n.25, p.34-41, 1999.
- 74-NAGEM FILHO, H.** Materiais dentários – resinas compostas. Bauru: Ed Produções Artes Gráficas Visuais, 2ed., 2000, 90p.
- 75-NEVES, A. D.; DISCACCIATI, J. A. C.; ORÉFICE, R. L.; JANSEN, W. C.** Correlação entre grau de conversão, microdureza e conteúdo inorgânico em compósitos. Pesqui Odontol Brás, v. 16, n.4, p. 349-354, 2002.
- 76-NOMURA, Y.; TESHIMA, W.; TANAKA, N.; TOSHIDA, Y.; 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.209-213, 2002.
- 77-OBICI, A.C.; SINHORETI, M.A.C.; FROLLINI, E.; SOBRINHO, L.C.; CONSANI, S.** Degree of conversion and Knoop hardness of Z-250 composite using different photo-activation methods. Polymer Test, v.24, p.814-818, 2005.
- 78-PANANAKIS, D.; WATTS, D.C.** Incorporation of the heating effect of the light source in a non-isothermal modes of visible-light-cured resin composite. J Mater Sci, v.35, p.4589-4600, 2000.
- 79-PARK, S.H.** Comparison of degree of conversion for light-cured and additionally heat-cured composites. J Prosthet Dent, v.76, n.6, p.613-618, 1996
-

- 80-PEUTZFELDT, A.** Correlation between recordings obtained with a light-intensity tester and degree of conversion of a light-curing resins. Scand J Dent Res, v. 102, p. 73-75, 1994.
- 81-PEUTZFELT, A.** Resin composites in dentistry; the monomer systems. Eur J. Oral Sci, v. 105, n. 2, p. 97-116, 1997.
- 82-PEUTZFELT, A.; ASMUSSEN, E.** Investigations on polymer structure of dental resinous materials. Trans Acad Dent Mater, v.18, p.81-104, 2004.
- 83-PEUTZFELT, A.; ASMUSSEN, E.** The effect of postcuring on quantity of remaining double bonds, mechanical properties and in vitro wear of two resin composites. Journal of Dentistry, v. 28, p. 447-452, 2000.
- 84-PIANELLE, C.; DEVAUX, J.; BEBELMAN, S.; LELOUP, G.** The micro-Raman spectroscopy, a useful tool to determine the degree of conversion of light-activated composite resins. J Biomed Mater Res, v.48, n.5, p.675-681, April 1999.
- 85-PILO, R., OELGIESSER, D.; CARDASH, H.S.** A survey of output intensity and potential for depth of cure among light-curing units in clinical use. J Dent, v.27, n.3, p. 235-241, Mar 1999.
- 86-PIRES, J. A. F. et al** Effect of curing tip distance on light intensity and composite resin microhardness. Quintessence Int, v. 24, p. 517-521, 1993.
- 87-POWERS, J. M.; CRAIG, R. G.** Thermal analysis of dental impression waxes, J Dent Res, v. 57, p. 37-41, 1978.
- 88-PRADHAN, R.D.; MELIKECHI, N.; EICHMILLER, F.** The effect of irradiation wavelength bandwidth and spot size on the scraping depth and temperature rise in composite exposed to an argon laser or conventional quartz-tungsten-halogen source. Dent Mater, v. 18, n.3, p.221-226, 2002.
- 89-RASTELLI, A.N.S.;** Avaliação de um aparelho de luz halógena e um dispositivo Leds na técnica de fotoativação trans-dental. Estudo da profundidade de polimerização pelos testes de dureza e espectroscopia de fluorescência. 2004, 274f. Tese (Doutorado em Dentística Restauradora), Faculdade de Odontologia, Universidade Estadual Paulista, Araraquara.
- 90-RODE, K. M.; LLORET, P. R.; TURBINO, M. L.** Study of microhardness in depth of composite resin polymerized with argon laser and halogen light. Rev. Pós. Grad., v. 12, n. 3, p. 287-92, 2005.
- 91-RUDDELL, D. E.; THOMPSON, J.Y.; STAMATIADES, P.J.; WARD, J.C.; BAYNE, S.C.** Mechanical properties and wear behavior of condensable composites. J dent Res, v.78, Special Issue, p.156, Mar 1999.
-

- 92-RUEGGEBERG, F.A.** Contemporary issues in photocuring. Compend Cont Educ Dent, v. 20, n. 25, p. 4- 15, 1999.
- 93-RUEGGEBERG, F.A.; CRAIG, R.G.** Correlation of parameters used to estimate monomer conversion in a light-cured composite. J. Dent Res, v.67, n.6, p.932-937, June 1988.
- 94-RUEGGEBERG, F.A.; HASHINGER, D.T.; FAIRHUST, C.W.** Calibration of FTIR conversion analysis of contemporary dental resin composites. Dent Mater, v.6, p.241-249, Oct 1990.
- 95-RUEGGEBERG, F. A.; JORDAN. D.** Effect of light tip distance on polymerization of resin composite. Int J Prosthodont, v. 6, n.4, p.364-379, 1993.
- 96-RUYTER, I.E.; OYSAED, H.** Conversion in different depths of ultraviolet and visible light activated composite materials. Acta odont scand, v.40, n.3, p.179-192, May 1982.
- 97-SAKAGUCHI, R. L.; BERGE, H. X.** Reduce light energy density decreases post- gel contraction while maintaining degree of conversion in composites. J Dent, v. 26, n.8, p. 695-700, Nov. 1998.
- 98-SANTOS, M. J. M .C.; SILVA E SOUZA JR., M. H.; MONDELLI, R. F. L.** Novos conceitos relacionados à fotopolimerização das resinas compostas, JBC, Curitiba, v. 1, n. 1, p. 14-21, jan./mar. 2002.
- 99-SCHMIDSEDER, J.** Resina composta: ciência dos materiais. In: Odontologia estética. Porto Alegre, Artmed, cap7, p.85-102, 2000.
- 100-SHARKEY, S.; RAY, N.; BURKE, F.; ZIADA, H.; HANNIGAN, A.** Surface hardness of light-activated resin composites cured by two different visible-light sources: An in vitro study. Quintessence Int, v.34, n.1, p.401-405, May 2001.
- 101-SHIN, W.S.; LI, X.F.; SCHWARTZ, B.; WUNDER, S.L.; BARAN, G.R.** Determination of the degree of cure of dental resins using Raman and FT-Raman spectroscopy. Dent Mater, v.9, n.5, p.317-324, Sep 1993.
- 102-SILVA E SOUZA JR., M. H.; CARVALHO, R. M.; MONDELLI, R. F. L.** Odontologia estética: Fundamentos e aplicações clínicas: restaurações com resinas compostas. São Paulo: Ed Santos, 2000. 171p.
- 103-SKINNER, E.W.** Skinner materiais dentários. 9 ed, Guanabara Koogan 1993. Cap. 3, p. 16-34.
- 104-SOARES, L.E.S.** Espectroscopia Raman no Infravermelho próximo (IVP) e microdureza Vickers no estudo do grau de conversão de resinas compostas polimerizadas com laser de argônio e lâmpada halógena. 2002, 87f. Dissertação
-

(Mestrado) – Programa de Pós-graduação em Engenharia Biomédica, do Instituto de Pesquisa e Desenvolvimento, Universidade do Vale do Paraíba.

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

106-SUH, B. et al Examination of experimental cavity substrates as a function of modulus of elasticity during polymerization of composites. J Dent Res, v. 77, p. 1998. special issue (abstract 1242)

107-TARLE, Z.; MENIGA, A.; RISTIC, M.; SUTALO, J.; PICHLER, G. Polymerization of composites using pulsed laser. Eur J Oral Sci, v.103, p.394-398, 1995.

108-TESHIMA, W.; NOMURA, Y.; TANAKA, N.; URABE, H.; OKAZAKI, M.; NAHARA, Y. ESR study of camphoroquinone/ amine photoinitiator systems using blue light-emitting diodes. Biomater, v.24, p.2097-2013, 2003.

109-TIRTHA, R.; FAN, P.L.; DENNISON, J.B. POWERS, J.M. In vitro depth of cure of photo-activated composites. J dent Res, v.62, p.1184-1187, 1982.

110-TSAI, P. C. L.; MEYERS, I. A.; WALSH, L. J. Depth of cure and surface microhardness of composite resin cured with blue LED curing units. Dent. Mater., v.20, p. 364-369, 2004.

111-TURBINO, M.L.; SANTOS, L.A.; MATSON, E. Microdureza de resina composta fotopolimerizável: a cor e a matriz experimental pode alterar os resultados dos testes? Pesqui Odontol Brás, v.14, p. 232-236, 2000.

112-TURSSI, C.P.; FERRACANE, J.L.; VOGEL, K. Filler features and their effects on wear and degree of conversion of particulate dental resin composites. Biomater, v.26, n.4, p.4932-4937, 2005,.

113-VARGAS, M. A.; COBB, D. S.; SCHMIT, J. L. Polymerization of composite resins: argon laser vs conventional light. Oper Dent., v. 23, p.87-93, 1998.

114- VENHOVEN, B. A. M.; GEE, A. J.; DAVISON, C. L. Light initiation of dental resins: dynamics of the polymerization. Biomaterials, v.17, n.24, 1996.

115-VENHOVEN, B. A. M.; GEE, A. J.; DAVISON, C. L. Polymerization contraction and conversion of light-curing Bis-GMA based methacrylate resins. Biomaterials, v. 14, n. 11, p. 871-875, 1993.

116-VERLUIJS, A.; TANTBIROJN, D.; DOUGLAS, W.H. Do dental composites always shrink toward the light? J Dent Res, v. 77, n. 6, p. 1435-1445, 1998.

117-YEARN, J.A. Factors affecting cure of visible light activated composites. Int .dent. J., v. 35, n. 3, p. 218-25, 1985.

118-YOON, T.H.; LEE, Y.K.; LIM, B.S.; KIM, C.W. Degree of polymerization of resin composites by different light sources. J Oral Rehabil, v.29, n.12, p.1165-1173, 2002.